

Schädigungsverhalten der einkristallinen Superlegierung CMSX-4 bei Hochtemperaturbelastung

Vom Fachbereich Material- und Geowissenschaften
der Technischen Universität Darmstadt

zur

Erlangung des akademischen Grades eines
Doktor-Ingenieurs
genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Klaus Wintrich
aus Bad Soden-Salmünster

Hauptberichterstatter:	Prof. Dr. H.E. Exner
Mitberichterstatter:	Prof. Dr. J. Rödel
Tag der Einreichung:	25.11.2003
Tag der mündlichen Prüfung:	09.02.2004

Darmstadt, 2004

D17

Zusammenfassung:

In dieser Arbeit werden Gefügeveränderungen und deren Einfluß auf die mechanischen Eigenschaften bei hoher Temperatur (850°C – 1050°C) unter statischer und dynamischer Belastung (Kriechbelastung und LCF) bei einer einkristallinen Ni-Basislegierung (CMSX-4) untersucht. Der Schwerpunkt lag dabei bei der Korrelation der Gefügeveränderungen, insbesondere durch Veränderung des γ - γ' -Gefüges und der Schädigung durch Poren und Risse, mit den makroskopischen Materialeigenschaften. Dabei wurde die Anisotropie der einkristallinen Proben durch Versuche an $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben berücksichtigt. Thermisch verursachte Veränderungen im Gefüge wurden von thermomechanisch verursachten Belastungen getrennt erfaßt.

Die Vergrößerung des γ - γ' -Gefüges erfolgt nach dem Gesetz nach Lifshitz und Slyozov. Zu Beginn einer thermischen Belastung sind weitere Einflüsse zu berücksichtigen (Volumenanteil an Ausscheidungen, Kohärenzspannungen). Eine zusätzliche mechanische Belastung führt zu einer Ausrichtung der Ausscheidungen und einer stärkeren Vergrößerung des Gefüges. Die Veränderungen des γ - γ' -Gefüges sind direkt mit Veränderungen in den Belastungskurven zu korrelieren.

Während bei den Kriechversuchen der Schädigungsmechanismus unabhängig von der Orientierung der Probe und der Temperatur ist, konnte bei zyklisch belasteten Proben ein von Temperatur und Probenorientierung abhängiges Schädigungsverhalten beobachtet werden. Bei Kriechbelastung sowie bei LCF-Belastung bei niedrigen Temperaturen spielen die im Gefüge vorhandenen Poren eine wichtige Rolle als Entstehungsort für Risse. Bei LCF-Belastung konnte bei höherer Temperatur in der Oxidschicht der Proben eine Rißentstehung festgestellt werden.

In dieser Arbeit wurde festgestellt, daß die mechanischen Eigenschaften bei hohen Temperaturen maßgeblich von drei Effekten abhängig ist, nämlich der Querschnittsabnahme durch Poren und Risse, der Querschnittsabnahme durch die Kriechdehnung und der Veränderung des γ - γ' -Gefüges. Für eine realitätsnahe Betrachtung darf keiner dieser Effekte vernachlässigt werden.

Abstract:

Subject of this investigation were the changes in the microstructure and their influence on the mechanical properties at temperatures between 850°C and 1050°C at creep and cyclic loading of a single crystal Ni-base alloy. The focus in this work was the correlation between these changes, in particular the evolution of the γ - γ' -microstructure and the damage caused by pores and cracks, and the macroscopic material properties. The anisotropic properties of the single crystals were included by tests in different crystallographic orientations ($\langle 001 \rangle$ - and $\langle 111 \rangle$ -orientation). Microstructure changes caused by temperature and mechanical loading were separated.

The coarsening of the γ - γ' -microstructure was adapted by the law of Lifshitz and Slyozov, though there are other influences like the volume fraction of γ' -precipitations and stresses at the matrix-precipitation interface. A superimposed mechanical loading resulted in a directional coarsening and an increase in the coarsening rate. Changes in the γ - γ' -microstructure can be correlated with changes in the deformation of the material.

It has been found that the damage mechanisms are dissimilar for the different loading conditions. No new pores nucleate during loading and cracks form from existing pores. This damage mechanism is independent of temperature and crystallographic orientation. At LCF tests cracks form preferentially at oxides at the specimen surface. At lower temperatures cracks form from existing pores.

Finally, the results of these investigations indicate, that the mechanical properties of this Ni-base alloy are depending on the evolution of the γ - γ' -microstructure, the decrease of the cross section caused by creep strain and the decrease of the cross section caused by pores and cracks. A model close to reality can neglect non of these effects.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Zielsetzung	1
2. Grundlagen	2
2.1 Superlegierungen	2
2.1.1 Allgemeines	2
2.1.2 CMSX-4	2
2.2 Mechanische Eigenschaften	4
2.2.1 Elastisches Verhalten	4
2.2.2 Inelastisches Verhalten	6
2.2.2.1 Belastung bei Raumtemperatur	6
2.2.2.2 Einfluß der Temperatur auf die Streckgrenze	7
2.2.2.3 Zug-Druck-Asymmetrie	9
2.3 Gitterfehlpassung und Ausscheidungsmorphologie	9
2.4 Temperatureinfluß auf das Gefüge	10
2.5 Kriechverhalten	12
2.6 Zyklisches Verformungsverhalten	20
2.7 Schädigung	24
2.8 Härte	25
2.8.1 Zusammenhang mit mechanischen Kennwerten	25
2.8.2 Orientierungsbestimmung	26
2.8.2 Anisotropie der Härte	26
3. Versuchsdurchführung	27
3.1 Werkstoff und Wärmebehandlung	27
3.2 Hochtemperaturversuche	27
3.3 Metallographie	30
3.4 Mikroskopie	31
3.4.1 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen	31
3.4.2 Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen	31
3.4.3 Lichtmikroskopische Untersuchungen	32
3.5 Gefügeanalyse	32
3.5.1 γ - γ' -Gefüge	32
3.5.2 Porosität	33
3.6 Härtemessung	34
3.6.1 Härte nach Vickers	34
3.6.2 Härte nach Brinell	35
3.7 Druckversuche	35
3.8 Röntgenographische Untersuchungen	36

4. Gefügeveränderungen und deren Charakterisierung	37
4.1 Ausgangsgefüge	37
4.2 Gefügeveränderung durch Wärmebehandlung	40
4.3 Gefügeveränderung durch Hochtemperaturbelastung	46
4.3.1 Kriechversuche	46
4.3.2 Zyklische Versuche	55
4.4 Mechanische Charakterisierung	61
4.4.1 Druckversuche	61
4.4.2 Härtmessung	65
4.5 TEM-Untersuchungen	75
4.6 Diskussion	76
4.6.1 Gefügeveränderungen durch eine Wärmebehandlung	76
4.6.2 Gefügeveränderungen durch eine Hochtemperaturbelastung	78
4.6.3 Gefüge und mechanische Eigenschaften	81
 5. Schädigung	 85
5.1 Porosität in der Ausgangsprobe	85
5.2 Veränderung der Porosität bei einer Wärmebehandlung	87
5.3 Schädigung bei Kriechbelastung	89
5.3.1 Schädigungsmechanismus	89
5.3.2 Veränderung der Porosität	90
5.3.3 Porenneuentstehung	95
5.3.4 Ausheilung der Schädigung	96
5.3.5 Konzentrationsverschiebungen um Poren	98
5.4 Zyklische Beanspruchung	99
5.4.1 Schädigungsmechanismen	99
5.4.2 Oxidschicht	101
5.4.3 Veränderung der Porosität	102
5.5 Diskussion	103
5.5.1 Rißentstehung und Rißwachstum	103
5.5.2 Querschnittsabnahme durch Poren und Risse	105
 6. Hochtemperaturversuche	 107
6.1 Kriechbelastung	107
6.2 Zyklische Beanspruchung	111
6.3 Diskussion	113

7. Modellbildung für Kriechversuche	117
8. Zusammenfassung und Schlußfolgerungen	122
9. Literaturverzeichnis	126
10. Anhang	139
10.1 Zugrelaxationsversuche	139
10.2 Kriechversuche	142
10.3 Zyklische Versuche	143
10.4 Röntgenmessung	144
10.5 Vormessungen zur Härtemessung	145
10.6 Herleitung der Gleichung $V_V = A_A^{3/2}$	146

1. Einleitung und Zielsetzung

Turbinenschaufeln in Gastriebwerken müssen hohen Temperaturen und gleichzeitig einer mechanischen Belastung standhalten. Für diese Verschleißteile werden Superlegierungen auf Ni-Basis verwendet, die auf die Art ihrer Anwendung, z.B. als stationäre Turbine oder als Flugzeugturbine, in ihren Eigenschaften angepaßt werden. In den letzten Jahrzehnten wurde durch den Zusatz neuer Legierungselemente wie z.B. Rhenium und Tantal und durch Veränderungen im Herstellungsprozeß Verbesserungen in den Hochtemperatureigenschaften dieser Legierungen erreicht. Sie führten über die Erhöhung der Einsatztemperatur zu einer Erhöhung des Wirkungsgrades. Bei der Herstellung werden Turbinenschaufeln häufig einkristallin erstarrt, so daß bei Hochtemperaturbelastung kein Korngrenzgleiten stattfinden kann oder Poren und Risse an den Korngrenzen entstehen können.

Das Gefüge dieser modernen Superlegierungen ist zweiphasig. Es besteht aus einer Matrixphase (γ), in der Nickel und Legierungselemente statistisch auf den Gitterplätzen verteilt sind, und einer Ausscheidungsphase (γ'), in der Nickel und Legierungsatome geordnet vorliegen. Bei thermomechanischer Belastung einer Turbinenschaufel unter Betriebsbedingungen ist das γ - γ' -Gefüge nicht stabil. Größe, Form und Orientierung der Ausscheidungen ändern sich. Nach einer Kriechbelastung ist z.B. eine Ausrichtung der Ausscheidungen und eine gerichtete Vergrößerung, das sogenannte „Rafting“ zu beobachten [Fell85, Tien71]. Weiterhin können im Gefüge durch die Belastung Poren und Risse entstehen.

Ziel dieser Arbeit ist es, das Schädigungsverhalten und die Gefügeveränderungen bei einer einkristallinen Nickelbasislegierung der zweiten Generation (CMSX-4) zu erfassen und in ein Modell umzusetzen. Die Gefügeveränderungen werden quantitativ beschrieben. Dabei wird unterschieden zwischen thermisch verursachten Veränderungen des Gefüges und Veränderungen, die durch eine thermomechanische Belastung hervorgerufen werden. Auch die Schädigung durch Poren und Risse und damit der Verlust des tragenden Querschnittes der Proben wird quantitativ charakterisiert. Die Anisotropie der mechanischen Eigenschaften der einkristallinen Legierung wird berücksichtigt, indem Einkristalle mit zwei verschiedenen kristallographischen Orientierungen mechanisch geprüft und auf Veränderungen bzw. ihr Schädigungsverhalten untersucht werden.

2. Grundlagen

2.1 Superlegierungen

2.1.1 Allgemeines

Als Superlegierungen werden Ni-, Fe- und Co-Legierungen bezeichnet, die bei Temperaturen bis nahe ihres Schmelzpunktes hohe Zeitstandfestigkeiten zeigen [Seng93, Fleu97]. Die Entwicklung der Superlegierungen ging über die gerichtete Erstarrung hin zu technisch einkristallin erstarrten Bauteilen. Heute werden einkristalline Bauteile im Vakuum-Feinguß nach einer Weiterentwicklung des Bridgeman-Verfahrens [Vers70, Gold94] hergestellt. Technisch einkristallin bedeutet hier Ein-Korn-Legierungen mit kohärenten Härtingsphasen, dendritischen Seigerungen, Resteutektika und Porosität [Gold94].

Als einkristallin erstarrte Bauteile werden z.B. Turbinenschaufeln aus Nickelbasis-Superlegierungen in der ersten Reihe hinter dem Gaseinlaß eingesetzt, also dort, wo die höchsten Materialtemperaturen im Betrieb erreicht werden. Die verwendeten Materialien müssen eine hohe Festigkeit bei Temperaturen bis zu 1100-1200° C, eine gute Oxidations- und Heißgaskorrosionsbeständigkeit und eine hohe Temperaturwechselfestigkeit aufweisen [Gold94, Harr93, Fleu97, Bier99].

2.1.2 CMSX-4

Die in dieser Arbeit untersuchte Legierung CMSX-4 wurde Mitte der 80iger Jahre von der Cannon-Muskegon-Company entwickelt [Seng94b, Harr93]. Die Besonderheit dieser einkristallinen Superlegierung im Vergleich zu anderen, älteren Legierungen ist ein Anteil von 3 Gew.-% Rhenium. Durch diesen Zusatz wurde eine Erhöhung der Einsatztemperatur um 20-35 K erreicht. Neuere Legierungsentwicklungen weisen noch höhere Anteile an Rhenium auf [Fuch00]. Karbide, an denen bei Kriech- und Ermüdungsversuchen oft Risse entstehen, sind in dieser Legierung nicht vorhanden [Crom84, Vers70, Bau01]. Weiterhin treten in der Legierung CMSX-4 im Ausgangszustand keine TCP (topologically close packed)-Phasen wie z.B. R-, σ - oder η -Phasen auf [Fuch00, Erik96, Schn93]. Außerdem liegen in dem Gefüge Poren und Resteutektika in den interdendritischen Bereichen vor [Bier99].

Das Gefüge der untersuchten Legierung besteht aus einer Matrixphase, der γ -Phase, und geordneten γ' -Ausscheidungen. Die Phasengrenzen sind im Ausgangszustand kohärent. Die γ -Phase ist kubisch flächenzentriert, ihr Hauptbestandteil ist Nickel. Außer Nickel enthält diese Phase Elemente wie Kobalt, Chrom, Molybdän, Rhenium und Wolfram, die statistisch auf den Gitterplätzen verteilt sind. Die Verfestigungswirkung durch Kobalt und Chrom ist eher gering [Bald85], eine höhere Wirkung geht von Elementen mit einem größeren Durchmesser aus, nämlich den Refraktärmetallen Wolfram, Rhenium und Molybdän [Busc89, Link91, Nath85b]. Der größte Verfestigungseffekt wird durch Rhenium erzielt [Blav86, Brüc97, Giam85]. Rhenium-

Atome lagern sich zu kleinen Clustern von etwa 1 nm Durchmesser zusammen, die für Versetzungen ein größeres Hindernis bilden als einzelne Rhenium-Atome [Blav86, Brück97, Hemm98]. Zudem behindern Rhenium, Wolfram und Molybdän die Vergrößerung der γ' -Ausscheidungen und erhöhen die Gitterfehlpassung zwischen der γ - und der γ' -Phase [Giam85, Nath85a]. Bei zukünftigen Entwicklungen wird eine Erhöhung des Anteils an Refraktärmetallen angestrebt [Kont01, Blav86]. Ein Problem bei der Erhöhung dieses Anteiles ist, dass sich spröde TCP-Phasen bilden, an denen Risse entstehen [Bier99, Giam85, Fleu97, Nath85b]. Nach Erickson [Eric96] bilden sich auch in CMSX-4 in 15 % der Proben bei 1000° C nach 2000 h TCP-Phasen, bei 913° C sind nach 5000 h keine TCP-Phasen zu finden. Rae [Rae01] fand in CMSX-4 nach einer Auslagerung für 2000 h bei 800, 950 und 1050° C hauptsächlich die TCP-Phasen R und μ sowie einzelne σ -Teilchen.

Die γ' -Ausscheidungsphase besitzt eine geordnete kubisch-flächenzentrierte $L1_2$ -Struktur mit Ni_3Al -Zusammensetzung. Außer Aluminium bilden Titan [Link91, Busc89] und Tantal [Link91, Nath89] zusammen mit Nickel Ausscheidungen mit gleicher Stöchiometrie. Eine Übersicht über die Wirkung der einzelnen Elemente wird von verschiedenen Autoren gegeben [Busc89, Nath85b, Link91, Bald85, Abe85]. Die Zusammensetzungen der γ - und γ' -Phasen nach Schneider [Schn93] sind in Tab. 2.1 aufgeführt. Von Hemmersmeier [Hemm98] wurde festgestellt, dass die Gleichgewichtskonzentration der γ' -Phasen von der jeweiligen Probertemperatur abhängig ist.

Element	Cr	Al	Ti	Mo	W	Ta	Co	Re	Ni
γ [Gew.%]	15,8	1,2	0,3	1,8	8,0	3,3	16,7	11,2	41,9
γ' [Gew.%]	1,8	5,4	1,7	0,6	7,8	12,8	5,6	0,2	64,0

Tab. 2.1: Zusammensetzung der γ - und γ' -Phase in CMSX-4 nach Schneider [Schn93]

Trotz Homogenisierungsglügen können Konzentrationsschwankungen zwischen dem Dendritenstamm und den interdendritischen Regionen vorliegen. So sind z.B. Wolfram und Rhenium bevorzugt in den Dendritenstämmen, Tantal und Titan dagegen interdendritisch zu finden [Ma92, Fuch00]. Auch durch eine mechanische Belastung bei hoher Temperatur können Konzentrationsschwankungen, die durch gerichtete Diffusion von Elementen mit großem Atomradius in den Matrixkanälen entlang des Spannungsgradienten entstehen, beobachtet werden [Hemm98].

Der γ' -Volumenanteil bei einkristallin erstarrten Legierungen liegt bei etwa 60-70 %, während konventionell gegossene Nickelbasis-Superlegierungen einen γ' -Volumenanteil von 48 % erreichen [Fleu97a]. Ein höherer Volumenanteil führt zu einer Verringerung der Kriechneigung [Chan99] und zu einer Erhöhung von $R_{p0,2}$ bei hohen Temperaturen [Fleu97a]. Daher ist eine

weitere Erhöhung des γ' -Volumenanteiles beabsichtigt. Sie führt jedoch zu einem Verlust an Duktilität und zu einer Versprödung des Werkstoffes [Bier99].

Für CMSX-4 werden im wärmebehandelten Zustand ein γ' -Volumenanteil von 70 % bis zu 76 % und eine durchschnittliche Würfelkantenlänge zwischen 0,4 μm und 0,5 μm festgestellt [Brüc97, Hend97, Luka96a Hemm98, Ott97]. Von Hemmersmeier [Hemm98] werden zusätzlich eine γ -Kanalbreite von 0,05 μm und ein Abstand der Dendritenzentren von 250-350 μm gemessen. Nach Ott [Ott97] liegen eine Kanalbreite von 0,037 μm , ein Porenvolumenanteil von 0,7 % und ein Resteutektika-Anteil von 1,5 % in CMSX-4 vor. Der Volumenanteil der γ' -Phase in CMSX-4 beträgt bei einer Temperatur von 850° C etwa 70,5 %, bei 950° C 67 % und bei 1050° C etwa 59 %. Außerdem ist das Gefüge nahezu versetzungsfrei.

2.2 Mechanische Eigenschaften

Für die mechanischen Eigenschaften einkristalliner Ni-Basislegierungen sind, neben den für jede auscheidungshärtbare Legierung wichtigen Faktoren wie Art der Legierungselemente, Volumenanteil, Größe und Verteilung der γ' -Ausscheidungen, besonders die Kohärenzspannungen aufgrund der Gitterfehlpassung an der γ - γ' -Phasengrenze und die elastischen Konstanten der γ - und γ' -Phase wichtig [Mugh93, Fähr96, Bier99, Byun95]. Außerdem werden die mechanischen Eigenschaften von Verformungstemperatur und kristallographischer Orientierung bestimmt.

2.2.1 Elastisches Verhalten

Das elastische Verhalten wird mit Hilfe des Hooke'schen Gesetzes ermittelt:

$$\sigma_i = c_{ij} \varepsilon_j^e \text{ bzw. } \varepsilon_i^e = s_{ij} \sigma_j. \quad (2.1)$$

Aufgrund der kubischen Symmetrie läßt sich die Anzahl der Komponenten des Steifigkeitstensors c_{ij} bzw. der Nachgiebigkeitstensors s_{ij} , die unabhängig voneinander und ungleich null sind, auf drei verringern, nämlich c_{11} , c_{12} und c_{44} bzw. s_{11} , s_{12} und s_{44} . Die Koeffizienten sind untereinander verknüpft und hängen wie folgt mit dem Elastizitätsmodul E , dem Schubmodul G und der Querkontraktionszahl ν zusammen [Fleu97a]:

$$E = \frac{1}{s_{11}}, \quad G = \frac{1}{s_{44}} \quad \text{und} \quad \nu = \frac{-s_{12}}{s_{11}}. \quad (2.2)$$

Durch eine Koordinatentransformation kann E für beliebige kristallographische Richtungen bestimmt werden:

$$E_{\langle hkl \rangle} = \frac{1}{s_{11} - 2 \times J \times ((hk)^2 + (hl)^2 + (kl)^2)}, \quad (2.3)$$

$$\text{wobei } h^2 + k^2 + l^2 = 1 \text{ und } J = s_{11} - s_{12} - 0,5s_{44}. \quad (2.4)$$

Es ergibt sich

$$\frac{1}{E_{\langle 001 \rangle}} = \frac{4}{E_{\langle 011 \rangle}} - \frac{3}{E_{\langle 111 \rangle}}. \quad (2.5)$$

Der Faktor J ist ein Maß für die Anisotropie eines Werkstoffes. Je größer sein absoluter Wert wird, desto größer ist die elastische Anisotropie. Bei einem Wert von null ist das Material isotrop. Nach diesen Formeln ist das Elastizitätsmodul für alle Richtungen, die in der {111}-Ebene liegen, gleich. In Abbildung 2.1a ist das Elastizitätsmodul bei Raumtemperatur nach Fleury dargestellt [Fleu97a]. Das E-Modul ist in $\langle 111 \rangle$ -Orientierung am höchsten, in $\langle 001 \rangle$ -Orientierung am kleinsten, was experimentell bei anderen Superlegierungen bestätigt wurde [Wolf88, Golb98]. Kleine Abweichungen von der $\langle 111 \rangle$ -Orientierung wirken sich stärker auf das elastische Verhalten aus als Abweichungen von der $\langle 001 \rangle$ -Orientierung [Fleu97a].

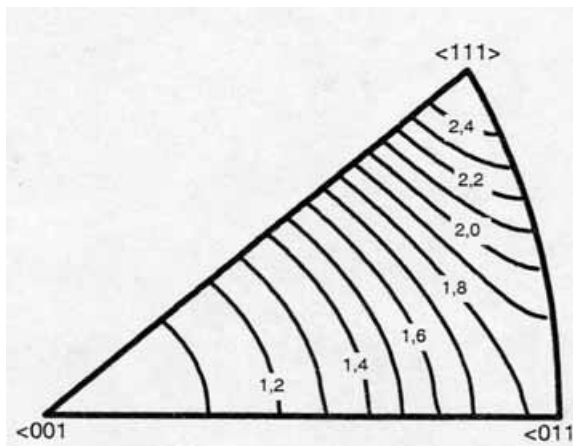


Abb. 2.1a: Linien gleichen E-Moduls bei CMSX-4 bei Raumtemperatur im Verhältnis zum E-Modul in $\langle 001 \rangle$ -Richtung

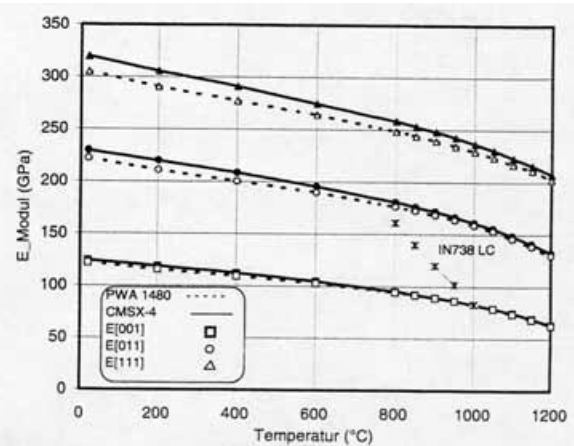


Abb. 2.1b: E-Modul in verschiedenen Richtungen in Abhängigkeit von der Temperatur

Abb. 2.1: Abhängigkeit des E-Modules von der kristallographischen Orientierung und der Temperatur (nach [Fleu97a])

Das Temperaturverhalten des E-Moduls nach Fleury ist in Abbildung 2.1b dargestellt [Fleu97a]. Die hier gemessenen Werte für das E-Modul in verschiedenen kristallographischen Orientierungen bei Raumtemperatur sowie das Temperaturverhalten stimmen mit den von verschiedenen Autoren ermittelten Werten überein [Herm96, Sieb01]. Die stärkere Abnahme des E-Moduls ab einer Temperatur von etwa 900° C ist durch Diffusionsprozesse in der γ' -Phase oder durch die Volumenverringerung der γ' -Phase verursacht [Seng94]. Debusmann stellte eine Verringerung des E-Moduls mit der Auslagerungszeit fest [Debu00].

2.2.2 Inelastisches Verhalten

Bei kubisch flächenzentrierten Werkstoffen können zwei Typen von Gleitsystemen aktiviert werden: Oktaedergleitsysteme vom Typ $\langle 110 \rangle \{111\}$ und kubische Gleitsysteme vom Typ $\langle 110 \rangle \{001\}$. Der jeweilige Versetzungsmechanismus ist von der Temperatur, der Verformungsrate, der Orientierung und dem Alterungszustand des Werkstoffes abhängig. Da die γ -Phase duktiler ist als die γ' -Phase, entstehen und bewegen sich Versetzungen zu Beginn der Verformung in der Matrixphase. Die Zunahme der Versetzungsdichte und die daraus resultierende gegenseitige Behinderung der Versetzungen führen zu einer Verfestigung und erklären z.B. die Verfestigung beim primären Kriechen.

Einkristalline Superlegierungen weisen starke Anisotropien in ihrem inelastischen Verhalten auf. Die Ansätze zur Formulierung der Anisotropie lassen sich in zwei verschiedene Arten unterscheiden [Fleu97a]. Bei dem kristallographischen Ansatz werden Stoffgesetze formuliert, um das Versetzungsgleiten zu beschreiben. Für die Aktivierung eines Gleitsystems ist die kritische Scherspannung τ_{CRSS} entscheidend, die mit Hilfe eines auf das Gleitsystem s bezogenen Orientierungstensors m_{ij}^s berechnet wird:

$$\tau_{\text{crss}} = m_{ij}^s \sigma_{ij}. \quad (2.6)$$

Die makroskopische Verformung ist die Summe aller Scherungen ρ :

$$\varepsilon_{ij}^{\text{in}} = \sum_{s=1}^{12} m_{ij}^{\text{os}} \rho^{\text{os}} + \sum_{s=1}^6 m_{ij}^{\text{cs}} \rho^{\text{cs}} \quad (2.7),$$

wobei die Indizes o und c hier für oktaedrisch und kubisch stehen. Beispiele für Modelle von dieser Art sind z.B. die Formulierungen nach Svoboda [Svob96-00]. Beim kontinuumsmechanischen Modell wird die Anisotropie mit Hilfe eines Potentials berücksichtigt. Die Fließregeln werden allgemein phänomenologisch ausgedrückt, die Berechnung der Dehnungen erfolgt über eine Verknüpfung des Potentials mit den Fließregeln.

2.2.2.1 Belastung bei Raumtemperatur

Bei einachsigen Zug- und Druckversuchen mit $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben erfolgt die Verformung durch Gleitung von Schraubenversetzungen auf Oktaedergleitsystemen [Mine86]. Zwischen den γ' -Ausscheidungen bauchen die Versetzungslinien zu Schleifen aus. Auf der Ausscheidungsoberfläche bilden sich Versetzungen mit gemischtem Charakter mit einem Winkel von 60° zwischen Burgers-Vektor und Versetzungslinie. Die 60° -Segmente können durch die Ausbildung eines Netzwerkes auf der Phasengrenze die Gitterfehlpassung (s. Kapitel 2.3.1) herabsetzen [Fell89].

Bei einachsiger Zugbeanspruchung an $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben ist die Verformung überwiegend auf Versetzungsbewegungen in der Matrix zurückzuführen. Nach Miner [Mine86] findet bei Druckbelastung einkristalliner Nickelbasis-Superlegierungen in $\langle 111 \rangle$ -Orientierung

neben der Oktaedergleitung auch ein Gleiten auf kubischen Gleitsystemen statt. Werden die Ausscheidungen bei Raumtemperatur geschnitten, führt diese zu einer Lokalisierung der Abgleitung auf schmalen Gleitbändern.

Mit zunehmender Größe der γ' -Ausscheidungen nimmt die Fließgrenze bei einer einkristallinen Nickelbasis-Superlegierung sowohl in $\langle 001 \rangle$ - als auch in $\langle 111 \rangle$ -Richtung ab [Shah84]. Die festigkeitsbestimmende Größe ist die mittlere freie Weglänge einer Versetzung [Hall51, Petc53]. Nach Shah [Shah84] wird die mittlere freie Weglänge einer Versetzung in Nickelbasis-Superlegierungen entweder durch die γ' -Ausscheidungsgröße oder den mittleren Abstand zwischen dem Quergleiten zweier Versetzungen bestimmt. Bei niedriger Temperatur ist die Größe der γ' -Ausscheidungen die bestimmende Größe.

2.2.2.2 Einfluß der Temperatur auf die Streckgrenze

Von verschiedenen Autoren wurde bei Superlegierungen mit hohem γ' -Volumenanteil ein anormales Streckgrenzen-Temperaturverhalten bei $\langle 001 \rangle$ -orientierten Superlegierungen festgestellt, d.h. die Fließgrenze steigt mit zunehmender Temperatur bis zu einer Übergangstemperatur T_C an und fällt dann ab [Fleu97, Mine86, Shah84, Copl67, Seng94, Caro86b]. T_C ist nach Copley und Sengupta [Copl67, Seng94] abhängig vom Volumenanteil der γ' -Phase, der Größe der Ausscheidungen und der Probenorientierung. Bei groben Ausscheidungen ist die anormale Zunahme der Streckgrenze stärker ausgeprägt als bei feinen Ausscheidungen. Bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben nimmt die Fließgrenze bis zu T_C nur leicht ab, bei höheren Temperaturen stärker.

Bei $T > T_C$ und niedrigen Spannungen umgehen die Versetzungen die Ausscheidungen unter Bildung von Versetzungsnetzwerken auf der Phasengrenze. Ein Mechanismus zum Umgehen der Ausscheidungen ist das thermisch aktivierte Klettern von Versetzungen durch die Diffusion von Leerstellen entlang der γ - γ' -Phasengrenze. Auch durch Quergleiten von Schraubenversetzungen auf andere $\{111\}$ -Gleitebenen oder $\{100\}$ -Quergleitebenen können Versetzungen den γ' -Ausscheidungen ausweichen. Der Mechanismus nach Orowan ist auf Superlegierungen mit hohem γ' -Phasenanteil nur eingeschränkt anwendbar [Ott97]. Erst bei hohen Verformungsgraden schneiden Superversetzungen (Antiphasengrenzen-gekoppelte Versetzungspaare vom Typ $a/2 \langle 110 \rangle$) die Ausscheidungen.

Unterhalb von T_C bzw. bei hohen Spannungen und Verformungsgeschwindigkeiten ist das Schneiden der γ' -Phase bestimmend für die Festigkeit [Caro86b, Pope84]. Die Versetzungsbewegung durch die Ausscheidungen erfolgt auf oktaedrischen Gleitsystemen und auf $\langle 112 \rangle \{111\}$ -Gleitsystemen [Ott97, Schn93]. Die zwei möglichen Burgers-Vektoren können unter Verringerung ihrer Linienenergie in eine Reihe weiterer Partialversetzungen aufspalten.

Bei kleineren Verformungsgeschwindigkeiten dominieren in den γ' -Ausscheidungen die $\langle 112 \rangle \{111\}$ -Gleitsysteme, bei höheren die oktaedrischen Gleitsysteme. Das anormale

Streckgrenzenverhalten für $T < T_C$ lässt sich durch das thermisch aktivierte Quergleiten von Versetzungen auf Oktaedergleitebenen erklären, wenn γ' -Ausscheidungen geschnitten werden, was nach Shah [Shah84] bei Legierungen mit einem γ' -Anteil über 50 % der Fall ist. Nach Kear und Wilsdorf [Kear70] werden die durch die γ' -Phase schneidenden Superversetzungen durch thermisch aktiviertes Quergleiten über $\{001\}$ -Ebenen zu unbeweglichen Hindernissen für nachfolgende Versetzungen. Bei höheren Temperaturen verarmt das Material an beweglichen Schraubenversetzungen, was sich makroskopisch in einer Zunahme der Fließspannung äußert. Bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben findet neben Oktaedergleiten kubisches Gleiten aufgrund der höheren resultierenden Schubspannung statt [Lall79, Copl67]. Superversetzungen auf oktaedrischen Gleitsystemen gleiten, thermisch aktiviert, vollständig auf das kubische Gleitsystem und bilden keine sesshaften Versetzungshindernisse. Daraus folgt, dass in $\langle 111 \rangle$ -Orientierung die Größe der γ' -Ausscheidungen für alle Temperaturen die festigkeitsbestimmende Größe ist und die Fließgrenze über der Temperatur stetig abfällt [Take73, Copl67].

Nach Takeuchi und Lall [Take73, Lall79] lassen sich diese Ergebnisse durch eine Erweiterung des Schmid'schen Schubspannungsgesetzes um einen temperaturabhängigen Term, der das Quergleiten berücksichtigt (Gleichung 2.8), modellieren.

$$\tau = m \cdot \sigma_{ys} = \tau_n + \Delta\tau = A_1 \frac{\gamma(T)}{b} + B_1 \frac{Gb}{r} + C_1 \exp \left(\frac{-H_0 + V_1\tau_1 + V_2\tau_2}{k_b T} \right) \quad (2.8)$$

τ_n ist die kritische resultierende Schubspannung bei niedrigen Temperaturen und setzt sich aus zwei Anteilen zusammen. Der erste Term berücksichtigt die Bildung einer Antiphasengrenze beim Schneiden von γ' -Ausscheidungen durch eine Superpartialversetzung. $\gamma(T)$ ist die Energie der Antiphasengrenze und b der Burgersvektor der Versetzung. Der zweite Term ist umgekehrt proportional zur Größe der γ' -Ausscheidungen r und beschreibt den geometrischen Einfluss der Ausscheidungsphase. R repräsentiert die mittlere freie Weglänge einer Versetzung, G ist der Schermodul. Der dritte Term beschreibt die Wahrscheinlichkeit für thermisch aktiviertes Quergleiten auf $\{001\}$ -Ebenen. H_0 ist die thermische Aktivierungsenergie für Quergleiten, V_1 und V_2 sind die Aktivierungsvolumina für kubisches Quergleiten unter dem Einfluss einer anliegenden Spannung, τ_1 ist die resultierende Schubspannung auf den $\{111\}$ -Ebenen in $\langle 112 \rangle$ -Richtung. Die Schubspannung τ_2 resultiert auf $\{001\}$ -Ebenen in $\langle 011 \rangle$ -Richtung, dem durch Quergleiten aktivierten Gleitsystem.

2.2.2.3 Zug-Druck-Asymmetrie

Die Streckgrenze in $\langle 001 \rangle$ -Richtung ist höher als der Betrag der Stauchgrenze, in $\langle 011 \rangle$ -Richtung gilt das Umgekehrte. Diese Zug-Druck-Asymmetrie tritt in $\langle 111 \rangle$ -Richtung nicht auf [Mine86, Shah84, Gabb86b, CMSX4: Fleu97, Seng94]. Die Schmid-Faktoren für Oktaedergleitung sind in $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 011 \rangle$ -Richtungen identisch, also nicht Ursache für die Anisotropie. Diese wird von Lall und Ezz [Lall79, Ezz82] auf den Quergleitmechanismus zurückgeführt. Das Verhältnis der Schmid-Faktoren für kubische und oktaedrische Versetzungsgleitung ist in $\langle 011 \rangle$ -Richtung höher als in $\langle 001 \rangle$ -Richtung. Das heißt, dass unter Annahme der gleichen kritischen Schubspannung die Wahrscheinlichkeit für oktaedrisches Quergleiten in $\langle 011 \rangle$ -Richtung und damit Fließgrenze höher ist.

Dies erklärt jedoch nicht das Verhalten im Zugversuch, da in $\langle 001 \rangle$ -Richtung eine höhere Streckgrenze als in $\langle 011 \rangle$ -Richtung gemessen wird. Superpartialversetzungen in $L1_2$ -Kristallen mit einem Burgersvektor von $a_0/2 \langle 1-10 \rangle$ spalten in Shockley-Partialversetzungen $a_0/6 \langle 2-1-1 \rangle$ und $a_0/6 \langle 1-21 \rangle$ auf. Die Aufspaltung führt zu einem Stapelfehler zwischen den beiden Partialversetzungen. Damit Quergleiten stattfinden kann, müssen sich die aufgespaltenen Versetzungen wieder vereinigen. Das Versetzungszentrum tritt mit der anliegenden Spannung in Wechselwirkung, und in Abhängigkeit des Vorzeichens der anliegenden Spannung werden die Partialversetzungen einander angenähert oder entfernt.

2.3 Gitterfehlpassung und Ausscheidungsmorphologie

Die Kohärenzspannungen können über die Gitterfehlpassung, insbesondere durch die Konzentration der Refraktärmetalle, in den einzelnen Phasen eingestellt werden [Giam85]. Die Gitterfehlpassung ist definiert als

$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{0,5(a_{\gamma'} + a_{\gamma})}, \quad (2.9)$$

wobei $a_{\gamma'}$ und a_{γ} die jeweiligen Gitterkonstanten sind. Die Gitterfehlpassung kann, bedingt durch die Phasenzusammensetzung, entweder positiv (Typ p) oder negativ (Typ n) sein [Abe85, Bald85]. Aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten verändert sich die Gitterfehlpassung mit der Temperatur [Müll92]. In der Literatur wird zwischen einer im verspannten Zustand gemessenen und einer aus den Gitterkonstanten berechneten Gitterfehlpassung unterschieden [Mugh93, Müll92]. Auch durch Auslagerung und Verformung bzw. durch Versetzungsnetzwerke, die sich dabei auf der Phasengrenze bilden, verändert sich die effektive Gitterfehlpassung [Ohta89, Fähr96]. Für konventionelle Superlegierungen liegt die Fehlpassung im Bereich $0,1 \% < \delta < 0,5 \%$ [Nath85a]. Die Morphologie der Ausscheidungen wird durch das Bestreben bestimmt, einen Zustand minimaler elastischer Verzerrungsenergie einzunehmen. Dies wird erreicht, indem die durch die Gitterfehlpassung vorhandenen Kohärenzspannungen durch eine Anordnung der Phasengrenzfläche in Richtung des kleinsten

E-Moduls, also in den $\langle 001 \rangle$ -Richtungen, reduziert werden [Gold94]. Die Morphologie der γ' -Ausscheidungen ist also indirekt von der Gitterfehlpassung abhängig. Bei einer Differenz in den Gitterkonstanten der γ - und γ' -Phase von 0,5-1 % scheidet sich die γ' -Phase würfelförmig aus. Durch eine periodische Anordnung der Ausscheidungswürfel wird eine weitere Verringerung der elastischen Verzerrungsenergie erreicht [Naba96, Katc74].

Bei den meisten eingesetzten Legierungen ist die Gitterfehlpassung bei den Einsatztemperaturen oberhalb von 600° C negativ [Naba96]. Im unverformten Ausgangszustand liegen in beiden Phasen durch die unterschiedlichen Gitterparameter Kohärenzspannungen vor. Die γ' -Ausscheidungen stehen unter allseitiger Zugbelastung, während die γ -Phase parallel zu den γ - γ' -Grenzflächen unter Druckbelastung steht [Mugh00, Fleu97a]. Bei CMSX-4 liegt bei Raumtemperatur eine Gitterfehlpassung von $-2,4 \cdot 10^{-3}$ [Völk97, 98] vor. Nach Brückner und Ma besteht eine starke Abhängigkeit der γ - γ' -Fehlpassung von der Position in der dendritischen Struktur [Brüc97, Ma99]. Ursache hierfür ist die unterschiedliche Verteilung der Refraktärmetalle Molybdän, Tantal, Wolfram und Rhenium in und zwischen den Dendriten.

2.4 Temperatureinfluß auf das Gefüge

Experimentell wurde bei der Vergrößerung beobachtet, dass die Ausscheidungen parallel zu den $\langle 001 \rangle$ -Richtungen wachsen [Fähr96]. Es bilden sich Quader, die in eine der $\langle 001 \rangle$ -Richtungen orientiert sind. Insgesamt wird keine Vorzugsorientierung im Gefüge festgestellt. Die Vergrößerung der γ' -Phase durch Ostwald-Reifung kann nach Giamei und Nathal [Giam85, Nath85b] mit der Formel nach Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW-Theorie) [Lifs68, Wagn61] angepasst werden

$$r^3 - r_0^3 = kt \quad (2.10)$$

bzw. nach abgeänderten LSW-Formeln [Nath85a McEl00]. Die Konstante k wird als Vergrößerungsrate bezeichnet und ist abhängig von der Temperatur T, dem Diffusionskoeffizienten des Legierungselementes in der Matrix D, der molaren Gleichgewichtskonzentration des Legierungselementes c_e , dem Molvolumen der Ausscheidungen V_m und der spezifischen freien Oberflächenenergie zwischen Ausscheidung und Matrix ξ

$$k = \frac{8\xi D V_m^2 c_e}{9RT} \quad (2.11)$$

Als Triebkraft wird bei der LSW-Theorie ausschließlich die Abnahme der Grenzfläche angenommen. Wechselwirkungen zwischen den Ausscheidungen, wie sie bei größeren Volumengehalten an γ' -Phase zu erwarten sind, werden nicht berücksichtigt. Eine Untersuchung nach Ardell [Arde76] zeigt, dass bei hohem Ausscheidungsanteil der Zusammenhang zwischen

dem Ausscheidungsradius in dritter Potenz und der Auslagerungszeit erhalten bleibt, k aber zusätzlich vom γ' -Volumenanteil abhängig ist.

Von Sengupta [Seng93] wurde bei CMSX-4 für die Vergrößerung statt des Reifungsexponenten von 3 ein Wert von 3,691 gemessen und durch das Legierungselement Rhenium erklärt, das die Diffusion der legierungsbildenden Elemente in der Matrixphase behindert.

Von McElhaney [McEl00] wurde die Formel nach LSW so abgeändert, dass der Ausscheidungsdurchmesser durch die Grenzflächendichte ersetzt wird. Durch die Verwendung der Grenzflächendichte ist die Vergrößerung unabhängig von der Ausscheidungsmorphologie zu betrachten:

$$S_V^{-3}(t) - S_V^{-3}(0) = kt. \quad (2.12a)$$

Von Exner [Exne66] wurde das Vergrößerungsverhalten einer zweiphasigen Legierung untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass der Term

$$\left(\frac{1}{S} - \frac{1}{S_0} \right)^2 \quad (2.12b)$$

proportional zur Auslagerungsdauer t ist, wobei S die spezifische Phasengrenzfläche ist. Eine weitere Gefügeveränderung, die von verschiedenen Autoren bei Nickelbasislegierungen mit geringem γ' -Phasenanteil berichtet wird und die über Simulationen nachvollzogen wurde, ist die Aufspaltung der γ' -Ausscheidungen in Doublette oder Oktette [Lee00, Glat89, Kauf89, Doi84, McCo92]. Ursache hierfür ist die Verringerung der elastischen Energie um die Ausscheidungen, die die Zunahme der Grenzflächenenergie überkompensiert [Glat89, Kauf89, McCo92, Lee96, Katc 74]. Warum bei späterer Vergrößerung zu keiner Aufspaltung der Ausscheidungen mehr kommt, ist unklar.

Außer durch Vergrößerung verändert sich das Gefüge bei einer Auslagerung durch die Bildung eines Versetzungsnetzwerks auf der Phasengrenze, die Phasengrenze wird semikohärent [Link87, Ohta89, Anto79]. Dieses Netzwerk unterscheidet sich von den Netzwerken, die sich bei einer mechanischen Belastung wie z.B. beim Kriechen oder zyklischer Belastung bilden [Fell88]. Die Bildung dieses Netzwerkes ist nach Feller-Kniepmeier [Fell88] mit einer Abnahme der Mikrohärtigkeit verbunden (nach 450 h bei 980° C).

2.5 Kriechverhalten

Kriechkurven zeigen im allgemeinen drei unterschiedliche Bereiche. Im ersten Bereich erfolgt die Einstellung einer konstanten Versetzungsdichte bzw. die Bildung eines Versetzungsnetzwerkes. Im sekundären Bereich stellt sich eine konstante Dehnrade ein, Erholung und verfestigende Prozesse befinden sich im Gleichgewicht, die Versetzungsdichte ist konstant. Während bei Zeitstandversuchen mit einer konstanten Spannung die Dehnrade beim sekundären Kriechen konstant ist, nimmt beim Kriechen unter konstanter Last die Dehnrade mit der Dehnung zu [Bürg98]. Bei mehrphasigen Legierungen kann es dazu kommen, dass es keine stationäre Dehnrade gibt. Nach Illsner [Ills73] wird in diesem Fall zur weiteren Charakterisierung die minimale Dehnrade verwendet. Im tertiären Kriechbereich steigt die Dehnrade bei konstanter Last an. Grund hierfür ist das Auftreten von Gefügestabilitäten wie z.B. Poren- und Rißbildung.

Die Spannungsabhängigkeit des Kriechens wird nach dem Norton'schen Kriechgesetz bei konstanter Temperatur beschrieben:

$$\dot{\varepsilon}_s = A_2 \sigma^n \text{ bzw. } \dot{\varepsilon}_s = A_2 (\sigma - \sigma_0)^n. \quad (2.13)$$

$\dot{\varepsilon}_s$ ist die stationäre Kriechrate und A_2 ist eine von der Temperatur, vom Werkstoff und Werkstoffzustand abhängige Konstante und n der Verfestigungsexponent. Dabei liegt der Verfestigungsexponent für einphasige Legierungen bei etwa $n=3$. Bei mehrphasigen Legierungen wurden Werte bis zu $n=40$ beobachtet. Bei hohen Spannungen ist das Potenzgesetz nicht mehr gültig, es erfolgt ein Übergang zu einer exponentiellen Abhängigkeit der Dehnrade von der Spannung.

Die Temperaturabhängigkeit des Kriechens wird bei konstanter Spannung mit einem Exponentialgesetz nach Arrhenius beschrieben:

$$\dot{\varepsilon}_s = A_3 \exp\left(-\frac{Q_c}{RT}\right). \quad (2.14)$$

Dabei ist Q_c die Aktivierungsenergie des Kriechens und A_3 eine Konstante, die abhängig von der Spannung, dem Werkstoff und Werkstoffzustand ist.

Bei $T > 0,4 T_{\text{melt}}$ wird zusätzlich zu dem Kriechen durch Versetzungen das Diffusionskriechen ein wichtiger Mechanismus. Dabei findet Diffusion durch das Gitter (Nabarro-Herring-Kriechen) und entlang der Korngrenze (Coble-Kriechen) statt:

$$\dot{\varepsilon}_D = \alpha \frac{\sigma \Omega}{k_b T} \left(\frac{D_G}{d_k^2} + \frac{\pi d_a D_{KG}}{d_k^3} \right) \quad (2.15)$$

$\dot{\varepsilon}_D$ ist die Dehnrade durch Diffusion, α eine Konstante, d_k der Korndurchmesser, Ω das Atomvolumen, d_a die Breite der Korngrenze und D_G bzw. D_{KG} sind die Diffusionskoeffizienten für Volumen- bzw. Korngrenzendiffusion.

Zwischen der Zeit bis zum Bruch der Kriechproben und der minimalen Kriechrate besteht nach Monkman und Grant [Monk56] ein Zusammenhang, der unabhängig von der angelegten Temperatur und Spannung ist:

$$t_f = \frac{K_1}{\dot{\epsilon}_s^m} \quad (2.16)$$

Von Larson und Miller [Lars52] wurden die Zeit bis zum Bruch bei einer konstanten Spannung und die Versuchstemperatur zu einem Parameter P_{LM} zusammengefaßt:

$$P_{LM} = T(K_2 + \lg(t_f)) \quad (2.17)$$

K_2 ist eine Konstante, die für alle Spannungen (bei T in K und t_f in h) etwa 20 ist. Bei einer Auftragung gegen die angelegte Spannung können für beliebige Kombinationen von Spannung, Temperatur und Standzeit sofort Verknüpfungen abgelesen werden.

Bei Kriechversuchen an einkristallinen Nickelbasislegierungen zeigt sich allgemein, dass Proben mit $\langle 111 \rangle$ -Orientierung die höchsten Standzeiten haben. Die Lebensdauer der Zeitstandproben sinkt in der Regel in der Reihenfolge $\langle 111 \rangle > \langle 001 \rangle > \langle 011 \rangle$ ab [Luka96a, Kake99]. Untersuchungen zeigen, dass bereits geringe Abweichungen von der jeweiligen Orientierung zu Verringerung der Standzeit führen [Sass94, 96]. In den letzten Jahren wurde auch das Kriechverhalten von CMSX-4 untersucht [Schn93, Ott97, Sass94]. Einzelne Untersuchungen, z.B. nach Peng, Caron und Feller-Kniepmeier [Peng96, Caro86a, Fell97], zeigten allerdings für $\langle 001 \rangle$ -Orientierung an verschiedenen CMSX-Legierungen höhere Standzeiten als in $\langle 111 \rangle$ -Orientierung.

Lukaš [Luka96a] verglich an CMSX-4 das Kriechen unter konstanter Spannung und unter konstanter Last. Bei logarithmischer Auftragung der Kriechrate gegen die Kriechdehnung ist für beide Belastungsarten eine lineare Zunahme der Kriechrate gegen die Dehnung festzustellen, die auch von anderen Autoren gefunden wurde [Hend97]. Die Kurve für konstante Last ist lediglich zu höheren Dehnraten verschoben.

Der Einfluß der Ausscheidungsgröße auf das Kriechverhalten war Gegenstand zahlreicher Untersuchungen [Nath85a, Caro86b, MacK85]. Maximale Kriechfestigkeit wurde allgemein in einem Bereich einer Ausscheidungsgröße von 0,4-0,5 μm erzielt [Harr93, Seng93]. Bei kleineren Ausscheidungen dominiert das Schneiden, bei größeren Ausscheidungen das Umgehen nach Orowan. Von Caron [Caro86a] wurde gezeigt, dass die Ausgangsausscheidungsgröße einen Einfluß auf die Lebensdauer bei Kriechversuchen hat. Bei niedrigen Temperaturen ($T=760^\circ\text{C}$, $\sigma_a=750\text{ MPa}$, CMSX-2) steigt bei $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben die Lebensdauer mit zunehmender Ausscheidungsgröße an, bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben sinkt die Lebensdauer ab. Die Lebensdauer bei einer Ausscheidungsgröße von 0,23 μm ist bei $\langle 111 \rangle$ -Orientierung etwa drei

mal so hoch wie bei $\langle 001 \rangle$ -Orientierung (1203 h und 412 h), bei einer Ausscheidungsgröße von $0,45 \mu\text{m}$ ist die Lebensdauer bei $\langle 001 \rangle$ -Orientierung etwa dreißig mal so hoch wie bei $\langle 111 \rangle$ -Orientierung (1136 h und 36 h). Bei höheren Temperaturen ($T=1050^\circ \text{C}$, $\sigma_a=120 \text{ MPa}$, CMSX-2) nimmt die Lebensdauer mit zunehmender Ausscheidungsgröße bei $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben ab (705 h und 105 h), bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben sinkt die Lebensdauer nur leicht ab (682 h und 522 h).

Henderson [Hend97] stellte an einer $\langle 001 \rangle$ -orientierten Nickelbasislegierung fest, dass die Entfestigung im tertiären Kriechbereich nur durch die Dehnung kontrolliert wird. Bei logarithmischer Auftragung der Kriechrate gegen die Dehnung sind alle gemessenen Kriechkurven parallel. Im sekundären Kriechbereich fallen alle Kriechkurven für die Auftragung $\dot{\epsilon}$ gegen t/t_f zusammen, d.h. die Abhängigkeit von der Zeit dominiert.

Bei experimentellen Untersuchungen wurde von Biermann festgestellt, daß bei Temperaturen unter 900°C die würfelförmige Morphologie der Ausscheidungen im Gefüge erhalten bleibt und bei höheren Temperaturen die Gefügeveränderung von der angelegten Spannung und von der Versuchsdauer abhängig ist [Bier99]. Bei hohen Spannungen und geringen Lebensdauern bleibt die würfelförmige Morphologie ebenfalls erhalten, bei kleineren Spannungen bilden sich Flöße aus. Bei einer Temperatur von 1100°C bildet sich schon nach kurzen Belastungszeiten (ca. 0,5 h) eine Floßstruktur aus. Von Fleury [Fleu97a] wurde bei CMSX-4 festgestellt, dass die Flöße bei einer geringen Orientierungsabweichung von der $\langle 001 \rangle$ -Richtung nicht mehr senkrecht zur Lastrichtung wachsen, sondern in $\{001\}$ -Ebenen zusammenwachsen. Nach einer Kriechbelastung von 250 MPa bei 1000°C zeigen die Kriechproben in den Dendriten zuerst Flöße, im interdendritischen Bereich sind noch keine Flöße erkennbar. Mit zunehmender Dauer ist diese Unterscheidung nicht mehr zu finden.

Die Floßbildung wurde von vielen Autoren beobachtet [Reed99, Tien71, Schn93, Mack85, Nath85b, Fell85, Gayd89, Hend97]. Je nachdem, ob die Gitterfehlpassung δ positiv oder negativ ist, bilden sich unterschiedliche Strukturen aus. Beim n-Typ bilden sich bei einer Zugkriechbelastung Platten senkrecht zur Spannungsachse aus, beim p-Typ entstehen Nadeln bzw. Platten parallel zur Spannungsachse [Arre96, Naba96]. Bei einer Druckkriechbelastung kehrt sich diese Gefügebildung um.

Modelle zur Erklärung und Beschreibung der Floßbildung können in zwei Kategorien unterteilt werden. Beiden Kategorien ist gemeinsam, dass im Gegensatz zur Ostwald-Reifung nicht die Verringerung der Grenzflächenenergie die treibende Kraft ist, sondern die Verringerung der Verzerrungsenergie um die Ausscheidungen. Bei einer Kategorie basiert die Floßbildung auf der gesamten elastischen Verzerrungsenergie um die Ausscheidungen, d.h. auf einer Überlagerung der Verzerrungen durch die Kohärenzspannungen und der angelegten Spannung [Fähr96,

Gayd89, Glat89, Arre94, Mugh00]. Dieses Modell wurde auf der Basis des von Eshelby vorgeschlagenen Verfahrens auf Ni-Basis-Superlegierungen angewandt [Pine76, Tien71]. Entscheidend für die Entwicklung des Gefüges sind die elastischen Konstanten der beiden Phasen, die äußere Spannung sowie die Gitterfehlpassung. Die plastische Verformung wird nicht als Triebkraft für die Floßbildung angesehen. Experimentell wurde z.B. von Pollock [Poll94] ein Zusammenwachsen von Ausscheidungen ohne eine plastische Verformung und bei versetzungsfreier Phasengrenze festgestellt. In der zweiten Kategorie wird eine lokale plastische Verformung als notwendig für das Auftreten einer Floßbildung angenommen. Als Ursache für die Floßbildung gelten die Versetzungen auf der γ - γ' -Phasengrenze bzw. ihre ungleichmäßige Verteilung nach einer plastischen Verformung [Poll94, Arre94, Vero96, Gros01]. Die Spannungen, die durch diese Versetzungen verursacht werden, werden als Ursache für die Floßbildung diskutiert [Svob96, Vero96b].

Bei verschiedenen Versuchen wurden Vorverformungen vorgenommen, und bei nachfolgender Auslagerung eine Floßbildung beobachtet. Von Veron wurde die Floßbildung und deren Abhängigkeit von der Verformung in einem Spannungs- und Verformungsgradienten um einen Vickershärteeindruck bei einer anschließenden Auslagerung für 15 h bei 1050° C untersucht [Vero96]. Als Parameter wird hier die Floßlänge in Abhängigkeit von der Entfernung vom Härteeindruck aufgetragen. Die Spannungen bzw. die Verformung um den Härteeindruck wurden nicht quantifiziert. Auch beim Kugelstrahlen einer einkristallinen Legierung und anschließendem Auslagern für 24 h bei 1050° C wurde Floßbildung bis in eine Tiefe von 200 μ m beobachtet [Bier00]. Die Druckeigenspannungen liegen nur bis zu einer maximalen Tiefe von 50 μ m vor, gleichzeitig wurde eine Erhöhung der Versetzungsdichte durch das Kugelstrahlen bis zu einer Tiefe von 200 μ m festgestellt.

Nabarro bevorzugt eine Mischform der unterschiedlichen Modellkategorien [Naba96]. Unter einer Grenze der plastischen Verformung überwiegt ein elastischer Energieterm, oberhalb wird die plastische Verformung immer wichtiger und die elastische Verzerrung vernachlässigbar.

Außer der Stabilität der γ' -Morphologie ist die Kinetik des Zusammenwachsens der γ' -Ausscheidungen von Bedeutung für die Floßbildung. Der Materialtransport ist diffusionsbedingt und läuft bei hohen Temperaturen ab. Wegen der Komplexität der Vorgänge (verschiedene diffundierende Elemente und Diffusionskoeffizienten in der Matrix, Veränderung der treibenden Kraft) finden sich in der Literatur nur wenige quantitative Abhandlungen über die Kinetik der Floßbildung [Louc97]. Häufig wird, wie z.B. von Gayda [Gayd89], das Zusammenwachsen der Ausscheidungen durch Simulationen mit der Monte-Carlo-Methode modelliert.

Für die Entwicklung der Floßdicke und -länge sowie die Breite der Matrixkanäle senkrecht zur Lastrichtung (=horizontale Kanalbreite) mit der Kriechdehnung bzw. Kriechdauer finden sich in

der Literatur unterschiedliche Ergebnisse. Einzelne Autoren beobachten ein Dickenwachstum der γ' -Kanäle senkrecht zur angelegten Belastung während der Floßbildung, die meisten fanden dieses Dickenwachstum erst später und interpretierten es als Ostwald-Reifung [Mack85, Link00, Nath85a]. Nach Mughrabi [Mugh00] nehmen die Floßdicke und horizontale Kanalbreite vom Anfang der Belastung an mit der Zeit zu. Henderson stellte fest, dass bei $T=900^\circ \text{ C}$ die Flöße zunächst die gleiche Dicke aufweisen wie vorher die Ausscheidungswürfel und ab etwa 3000 h ein Dickenwachstum einsetzt [Hend98]. Von Schneider wurde bei CMSX-4 festgestellt, dass zu Beginn des Kriechens die Kantenlänge in Lastrichtung abnimmt und nach einer Dehnung von ca. 2 % wieder zunimmt, während die γ -Kanalbreite kontinuierlich zunimmt [Schn93]. Diese Beobachtungen wurden von Nabarro [Naba96] bestätigt. Die Länge der Flöße ist zunächst konstant, zusammen mit ihrem Dickenwachstum setzt ein weiteres Längenwachstum ein [Mack85].

Nach einem Modell von Pollock [Poll94] läßt sich die Abnahme der Floßdicke zu Beginn der gerichteten Vergrößerung durch ein lokales Auflösen der γ' -Phase und die Diffusion der Legierungselemente erklären. Nach diesem Modell ergibt sich eine Abnahme der Floßdicke Δd_F bei $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben und reiner Umlagerung der ausscheidungsbildenden Elemente von den Matrixkanälen senkrecht zur Lastrichtung in die Matrixkanäle in Lastrichtung von

$$\Delta d_F = \frac{h}{\left(1 + \frac{h}{d_{ak}}\right)} \quad (2.18)$$

mit h als ursprünglicher Kanalbreite in Lastrichtung und der Ausscheidungskantenlänge d_{ak} . Der Volumenanteil an γ' -Ausscheidungen bleibt hierbei konstant.

Beim Zusammenwachsen der Ausscheidungen ergibt sich nach Pollock [Poll94] eine resultierende Matrixkanalbreite η senkrecht zur Lastrichtung von

$$\eta = h + 2\Delta d_F . \quad (2.19)$$

Von Kondo [Kond96] wurde eine Abhängigkeit von $\dot{\epsilon}_s$ von der Kanalbreite der Matrixkanäle in Lastrichtung und damit von der mittleren freien Weglänge der Versetzungen festgestellt (Abbildung 2.2).

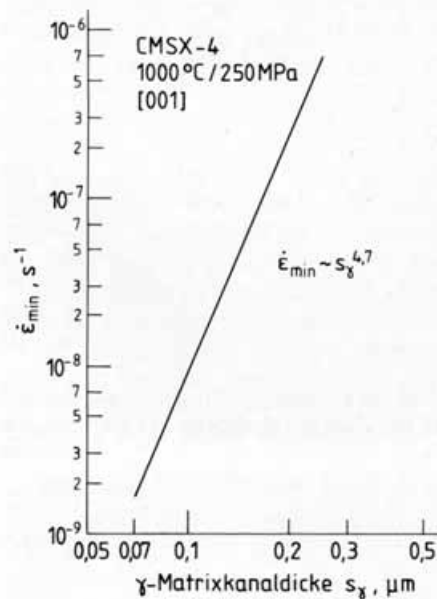


Abb.2.2: Abhängigkeit der minimalen Kriechrate von der Matrixkanal Dicke in Lastrichtung [Kond96]

Konzentrationsverschiebungen in den Matrixkanälen werden für verschiedene Elemente beim Kriechen von CMSX-4 beobachtet [Ott97, Hemm98]. Dabei handelt es sich um eine Anreicherung von Cr und Co sowie Elementen mit größeren Atomradien in den Kanälen senkrecht zur Belastungsrichtung unter Zugkriechbelastung. γ' -Bildner reichern sich in den Kanälen in Lastrichtung an.

Bei höherer Belastung, d.h. im tertiären Kriechbereich, bildet sich aus der Floßstruktur eine Struktur aus mehrfach geknickten Flößen, die als „Eierkarton-Form“ bezeichnet wird [Fell85, Peng96, Schn93]. Diese Veränderung des Gefüges im Vergleich zur Floßstruktur wurde von Feller-Kniepmeier [Fell85] durch Mikrohärtemessung charakterisiert und macht sich in einer Erhöhung der Mikrohärte bemerkbar. Außerdem ist ein starkes Wachstum in der Dicke der geknickten Platten feststellbar, das nahezu zu einer Verdopplung der Plattendicke führt und bisher nicht erklärt werden konnte. An der Bildung dieser Eierkartonform müssen nach Feller-Kniepmeier sowohl Gleit- und Scherprozesse als auch Diffusion beteiligt sein [Fell85].

Die Versetzungsbewegung im sekundären Bereich der Kriechkurve erfolgt über das Klettern von Versetzungen um die Ausscheidungen. Die Ausscheidungen sind frei von Versetzungen [Link88]. Erst im tertiären Kriechbereich bzw. bei hohen Spannungen und/oder tiefen Temperaturen werden die Ausscheidungen geschnitten. Nach Link und Ma [Link92, Mata99] erfolgt die Versetzungsbewegung beim primären und sekundärem Kriechen einer $\langle 001 \rangle$ -

orientierten CMSX-4-Probe dann hauptsächlich auf dem $\langle 112 \rangle$ $\{111\}$ -Gleitsystem, während beim tertiären Kriechen das Gleiten auf den oktaedrischen Gleitsystemen dominiert. Völkl [Völ94] untersuchte das Kriechen $\langle 111 \rangle$ -orientierter CMSX-4-Proben. Die Versetzungsbewegung erfolgt auf den kubischen Gleitebenen parallel zur γ - γ' -Phasengrenze. Die Verfestigung bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben ist stark reduziert, da nur ein Gleitsystem pro Matrixkanal arbeitet und ein Quergleiten auf die $\{111\}$ -Ebenen stattfindet.

Über die Auswirkungen der Gefügeveränderung durch Floßbildung auf die Kriecheigenschaften wurden viele Untersuchungen an unterschiedlichen Legierungen durchgeführt. Die Floßbildung führt meist zu einer Abnahme der Kriechfestigkeit. Nach Nabarro und Carron [Naba96, Caro86b] haben Proben mit waagrecht zur Lastrichtung ausgerichteten Flößen bei kleineren Spannungen und höheren Temperaturen längere Lebensdauern, da die Flöße im Vergleich zu den Würfeln das Klettern von Versetzungen stärker behindern. Dies wurde auch an CMSX-4 bei Temperaturen über 1000°C betätigt [Reed99]. Sobald Ausscheidungen beim Kriechen geschnitten werden, d.h. bei tieferen Temperaturen und höheren Spannungen, hat das gerichtet vergrößerte Gefüge eine höhere Kriechneigung [Mugh00]. Die Ursachen hierfür sind noch offen. MacKay [MacK85] vermutet den Grund hierfür in einer Abnahme der γ - γ' -Grenzfläche durch die Floßbildung. Dies würde auch erklären, dass ein γ - γ' -Gefüge mit in Lastrichtung ausgerichteten Ausscheidungen im Vergleich zu einem Gefüge mit Würfeln eine geringere Lebensdauer hat [Nath89].

Von Schneider [Schn93] wurden Kriechversuche bei drei unterschiedlichen Temperaturen (800°C , 950°C , 1100°C) an CMSX-4 durchgeführt und wie folgt beschrieben: Bei einer Temperatur von 800°C kann die anfängliche Abnahme der Verformungsgeschwindigkeit mit der Zunahme der Versetzungsdichte in den Matrixkanälen erklärt werden. Danach steigt die Verformungsgeschwindigkeit an, da die γ' -Phase von Shockley-Partialversetzungen vom Typ $a_0/3 \langle 112 \rangle$ geschnitten wird. Die gebildeten Stapelfehler beschränken sich zunächst auf ein Gleitsystem, wodurch ein Zwischenmaximum der Kriechrate zu finden ist. Die Anregung weiterer Gleitsysteme führt dann zu einer Verfestigung und einer Abnahme der Dehnrate zur absoluten minimalen Kriechrate. Es folgt ein Schneiden von Versetzungen durch Superversetzungen, was wiederum zu einem Anstieg in der Kriechrate führt. Die Beschleunigung der Kriechrate im tertiären Kriechen ist auf die Einschnürung zurückzuführen.

Auch bei 950°C ist die anfängliche Abnahme der Verformungsgeschwindigkeit mit der Zunahme der Versetzungsdichte in den Matrixkanälen zu erklären. Versetzungen umgehen die Ausscheidungen durch Gleit- bzw. Klettvorgänge. Nach dem absoluten Minimum der Kriechrate vergrößert die Matrix bzw. es bilden sich Flöße. Dies führt zu einer Zunahme der Kanalbreite und damit zu einer höheren Gleitlänge der Versetzungen. Außerdem erfolgt ein Schneiden der γ' -Phase durch Superversetzungen.

Die anfängliche Abnahme der Verformungsgeschwindigkeit bei 1050° C kann erneut mit der Zunahme der Versetzungsdichte in den Matrixkanälen erklärt werden. Die minimale Kriechrate wird dadurch erklärt, dass die ausgebildete Floßstruktur ein sehr effektives Hindernis für das Klettern der Versetzungen darstellt [Carr77]. Denkbar wäre auch ein negatives Kriechen, wie es Reppich und Hazzledine [Repp84, Hazz89] vorschlagen. Die Zunahme der Kriechrate ist wieder durch die Zunahme der Matrixkanalbreite senkrecht zur Lastrichtung und das Schneiden der Ausscheidungen durch Superversetzungen zu erklären. Die Ergebnisse bei 1050° C wurden von Ott [Ott97] bestätigt.

Beim Kriechen ist außer der mit der Querschnittsabnahme zunehmenden Dehnung die Bildung und das Wachstum von Poren zu beachten. In polykristallinen Werkstoffen erfolgt die Entstehung von Poren an der Korngrenze. Zwei Arten von Hohlräumen können unterschieden werden: Kugelförmige Poren bilden sich an Ausscheidungen in Korngrenzen, die senkrecht zur Spannungsachse liegen, spaltförmige Poren entstehen durch Korngrenzgleiten.

Verschiedene Autoren berichten davon, dass die Kriechschädigung bei Superlegierungen von im Gefüge vorhandenen Poren ausgeht [Engl96, Ott97, Schn93]. Auch die Entstehung neuer Poren an spröden Gefügebestandteilen, wie z.B. Resteutektika, Carbide und TCP-Phase, wird diskutiert [Ott97, Mugh00]. Nach Marchionni entwickeln sich beim Kriechen in einer modifizierten CMSX-4-Legierung Risse aus den Gußporen [Marc93]. Diese Risse entwickeln sich erst in der letzten Phase der Kriechdehnung vor dem Bruch. Von Komenda wurde eine Zunahme der Gesamtporosität und der Anzahl der Poren pro mm² bei Kriechdehnungen größer 8 % gemessen [Kome97]. Beim Kriechen bei 750° C steigen Gesamtporosität und Porenanzahl etwas an. Bei 950° C ist die Zunahme der Gesamtporosität und der Anzahl der Poren außer von der Zeit und der Temperatur auch von der Dehnung abhängig. Komenda [Kome97] nimmt an, dass sich neue Poren bilden. Die Ausgangsporenkonfiguration läßt sich durch eine Gauß-Kurve anpassen. Die Vergrößerung der Poren wird durch Diffusion verursacht, wobei der Diffusionsweg entlang der γ - γ' -Phasengrenze als bevorzugt gilt.

Eine Porenentstehung kann auch an Ausscheidungen stattfinden, deren Phasengrenzfläche zur Matrix eine hohe Grenzflächenenergie besitzt. Über einen Mechanismus der Leerstellenagglomeration durch Diffusionskriechen kann es zur Bildung von Poren kommen [Ried84]. Auch verschiedene Kombinationen von Leerstellendiffusion und Versetzungsbewegungen werden in der Literatur diskutiert [Chen81, Arzt84, Froi90]. Zum Porenwachstum existieren verschiedene Hypothesen. Das Modell nach Hull und Rimmer geht bei polykristallinen Werkstoffen von Diffusion durch die Korngrenzen als geschwindigkeitsbestimmenden Schritt für das Porenwachstum aus [Hull59]. Die Wachstumsgeschwindigkeit der Poren ergibt sich zu

$$\frac{dr_p}{dt} = \frac{D_{KG} d_a \sigma_z \Omega}{2k_b T r_p d_p} \quad (2.20)$$

mit r_p als Porenradius, Ω als Atomvolumen, d_p als Porenabstand in der Korngrenze, σ_z als Spannung senkrecht zur Korngrenze, d_a als Korngrenzdicke und D_{KG} als Korngrenzdiffusionskoeffizient. Die Wachstumsrate der Poren ist also umgekehrt proportional zu ihrem Abstand.

[Hanc76] schlägt einen Porenwachstumsmechanismus vor, der ausschließlich auf Versetzungsbewegungen zurückzuführen ist und auftritt, wenn das Verhältnis der angelegten Spannung zur Kriechrate niedrig ist, z.B. beim tertiären Kriechen. Die hohen Spannungen um die Pore deformieren den Werkstoff plastisch, wodurch die Poren in Zugrichtung gestreckt werden. Eine solcher Zustand, d.h. eine Zunahme der hydrostatischen Spannungen und der plastischen Dehnung um Poren senkrecht zur Lastichtung, wird von Orsini durch Simulationen vorausgesagt [Orsi01]. Eine modellhaft als Zylinder angenommene Pore, deren Zylinderachse senkrecht zur Zugachse liegt, vergrößert ihren kreisförmigen Zylinderquerschnitt zu einer elliptischen Form, wenn gilt:

$$\frac{dR_{el}}{dt} = \dot{\varepsilon} \left(R_{el} - \frac{3\varphi_p}{2\sigma} \right) \text{ und } \sigma > \frac{3\varphi_p}{2R_{el}}, \quad (2.21)$$

wobei φ_p die Oberflächenenergie der Poren und R_{el} der elliptische Durchmesser ($R_{el}=(r_1+r_2)/2$) ist.

2.6 Zyklisches Verformungsverhalten

Ermüdungsversuche im Bereich kleiner Bruchzyklenzahlen (LCF) werden im Hochtemperaturbereich meist mit konstanter Dehnungsschwingbreite $\Delta\varepsilon$ durchgeführt. Aus den gemessenen Hystereseschleifen können verschiedene Informationen wie z.B. die plastische bzw. elastische Dehnschwingbreite $\Delta\varepsilon_p$ bzw. $\Delta\varepsilon_e$, die Zahl der Zyklen bis zum Bruch (N_f), die Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma$, die Ober- und Unterspannung σ_o bzw. σ_u oder die Mittelspannung σ_m entnommen werden. Bei Hochtemperatur-LCF-Versuchen muss zusätzlich ein Kriechanteil der Dehnung berücksichtigt werden.

Um Aussagen über die Dehnungsschwingbreite in Abhängigkeit von der Zyklenzahl zu erhalten, wird bei vorgegebener Dehnungsamplitude die Spannung über die Zyklenzahl aufgetragen. Eine höhere Versuchstemperatur reduziert die Spannung, die sich bei einer vorgegebenen Dehnungsschwingbreite einstellt und führt zu einer Abnahme der Anrißlastspielzahl. Häufig wird beobachtet, dass nach einer Anfangsverfestigung ein quasistationärer Bereich der Wechselverformung erreicht wird, in dem sich mikrostrukturelle Vorgänge kompensieren und somit makroskopisch keine Auswirkungen haben [Ott97]. Ein dritter Bereich führt dann zu einer Entfestigung durch Rißeinleitung und -wachstum. Untersuchungen von Ott zeigten, dass für

CMSX-6 bei 950° C und Gesamtdehnungsschwingbreiten von 0,8-1,2 %, <001>-Orientierung sowie einer Dehnrate von $9 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ solch ein Verlauf vorlag [Ott97]. Nach einer anfänglichen Entfestigung von etwa 5 % folgt ein Bereich mit einer Entfestigung (ca. 10-20 %), der fast die gesamte Lebensdauer einnimmt. Die darauf folgende Entfestigung ist mit dem Ermüdungsrißwachstum gekoppelt. Ein senkrecht zur Lastrichtung orientiertes γ - γ' -Gefüge wirkt sich in einem kleineren N_f , ein in Lastrichtung orientiertes γ - γ' -Gefüge in einem größeren N_f aus als bei würfelförmiger Ausscheidungsmorphologie. Ein interessantes Ergebnis ist, dass die Mittelspannung σ_m bei senkrecht zur Lastrichtung orientiertem γ - γ' -Gefüge positiv, bei in Lastrichtung orientiertem γ - γ' -Gefüge negativ und bei würfelförmiger Ausscheidungsmorphologie null war.

Manson und Coffin [Mans71] fanden empirisch den Zusammenhang zwischen der plastischen Dehnamplitude $\Delta \varepsilon_p$ und der Zahl der Zyklen bis zum Bruch N_f (oder einer definierten Schädigung, bei Kempf [Kemp86] z.B. einer Entfestigung um 20 %) eines Werkstoffes im LCF-Bereich:

$$\Delta \varepsilon_p N_f^{c_1} = C_2 \quad \text{bzw.} \quad \log(\Delta \varepsilon_p) = C_3 - a_1 \cdot \log(N_f). \quad (2.22)$$

Für den HCF-Bereich existiert nach Basquin [Bürg98] ein analoger Zusammenhang. Der Ansatz nach Manson und Coffin wurde vielfach verändert und auch auf einkristalline Superlegierungen angewandt [Hold01, Kemp86, Mao02, Anto79, Byun95]. Kuroda [Kuro01] fand heraus, dass im Bereich des extremen LCF, also bei $N_f < 100$, die Bruchlastspielzahl nach dem Ansatz von Manson und Coffin überschätzt wird.

Ein Zusammenhang zwischen der Spannungsschwingbreite und der plastischen Dehnschwingbreite wird von vielen Autoren in folgender Form hergestellt:

$$\Delta \sigma = K_3 (\Delta \varepsilon_p)^m \quad (2.23)$$

Bei einkristallinen Ni-Basislegierungen konnte festgestellt werden, dass bei gleicher Dehnungsschwingbreite <111>-nahe Orientierungen eine geringere Lebensdauer aufweisen als <001>-nah orientierte Proben [Gabb86, Anto84]. Dies liegt daran, dass bei gleicher vorgegebener Gesamtdehnung bei <111>-Orientierung durch das größere E-Modul eine größere plastische Dehnamplitude vorliegt als bei <001>-Orientierung.

Von Hwang [Hwan89] wurde die Temperaturabhängigkeit der Ermüdungseigenschaften einer Nickelbasis-Legierung untersucht. Bei allen Temperaturen ist eine Entfestigung zu beobachten. Der Autor begründet dies mit der Mikrostruktur bzw. mit dem Schneiden von Ausscheidungen bei tiefen Temperaturen und der Bildung von Versetzungsnetzwerken an der Phasengrenze.

Die Vergrößerung des γ - γ' -Gefüges bei zyklischer Beanspruchung ist nach Gabb [Gabb89] vergleichbar mit der Vergrößerung bei reiner Temperaturbelastung ($T=1050^\circ \text{ C}$, LCF, Dehnrate: $0,002 \text{ s}^{-1}$). Die beobachtete Entfestigung wird durch die kleinere γ - γ' -Grenzfläche nach einer

Vergrößerung erklärt. Es besteht aber nur eine schwache Korrelation zwischen dem Wachstum der γ' -Ausscheidungen und der Entfestigung. Als weitere Gründe für die Entfestigung kommen die Abnahme des Volumenanteiles der γ' -Phase, der Kohärenzverlust der Ausscheidungen und bei tiefen Temperaturen das Abscheren von Ausscheidungen in Frage [Hwan89].

Gabb beobachtet, dass bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben die Ausscheidungen bei LCF ($T=980^\circ \text{ C}$) nicht geschnitten werden [Gabb86b]. Die Versetzungen laufen homogen verteilt und ohne die Ausbildung von Gleitbändern auf den kubischen Gleitsystemen. Bei tieferen Temperaturen ($T=760^\circ \text{ C}$) erfolgt sowohl eine Ausbildung von Gleitbändern als auch das Schneiden der Ausscheidungen.

Byung [Byun95] beobachtet eine Abhängigkeit der Ent- und Verfestigung von der Ausscheidungsgröße. Ein Gefüge mit Ausscheidungen der Größe $0,5 \mu\text{m}$ entfestigt bei LCF ($T=760^\circ \text{ C}$) von Beginn an, bei größeren Ausscheidungen ($1 \mu\text{m}$) ist zuerst eine Verfestigung, dann eine Entfestigung zu festzustellen. Nach Gabb [Gabb86] ist es auch von der Temperatur abhängig, ob die Proben entfestigen oder verfestigen. Bei einer Temperatur von $T=650^\circ \text{ C}$ verfestigten alle Proben, während alle Proben bei $T=1050^\circ \text{ C}$ entfestigten.

Ermüdungsschädigung macht sich häufig durch Risse bemerkbar, die an der Oberfläche entstehen und von dort aus in die Probe wachsen und schließlich zum Versagen führen [Baum90, Bash79]. Die Rißeinleitung hängt von einer Vielzahl an Faktoren ab, z.B. dem Umgebungsmedium, der Oberflächenbeschaffenheit und der Zyklensform [Kemp86, Flor79, Marc93, Kloo93, 94]. Keimstellen für die Rißbildung bei Ermüdung können Intrusionen und Extrusionen sein. Lerch und Baumgärtner [Lerc87, Lerc90, Baum90] beobachten bei der Ermüdung einer γ' -haltigen Legierung das Abgleiten von Versetzungen auf schmalen Gleitbändern durch die γ' -Ausscheidungen. Wenn diese Gleitbänder an die Oberfläche treten, bilden sich Gleitstufen, die als Keimstellen für die Rißeinleitung wirken.

Risse können auch direkt in der Oxidhaut der Proben entstehen [Pine83, Baum90]. Dabei wird davon ausgegangen, dass die spröde Oxidhaut reißt und eine punktuelle Oxidation des im Halbzyklus freiliegende Material ermöglicht. Dieser Ablauf wiederholt sich bei jedem Zyklus, ein Riß entsteht. Die so entstehenden Risse wachsen nach diesem Mechanismus zuerst senkrecht zur Lastichtung. Experimentell wird dieser Mechanismus von Gabb [Gabb86] bei einer einkristallinen Nickelbasis-Legierung bestätigt. Rißeinleitung an oxidierten Gußporen an der Oberfläche bzw. im oberflächennahen Bereich wird häufig beobachtet, z.B. von Goldschmidt [Gold94], d.h. die Risse entstehen im interdendritischen Bereich. Poren im Inneren der Probe spielen bei der Rißentstehung im LCF keine Rolle und werden nur in Ausnahmefällen als Auslöser der Rißentstehung identifiziert [Zhan95]. Außer der Rißentstehung in der Oxidschicht und an Poren wird als Ursache eine Nitrierung der Proben, d.h. eine Bildung von Titanitrid- und Aluminiumnitrid-Phasen, an denen Risse entstehen, diskutiert [Dong01].

Die Rißausbreitung erfolgt in drei Stufen [Baum90]. Zunächst sind die Risse kristallographisch orientiert und wachsen durch persistente Gleitbänder in das Material. Bei Zug-Druck-Beanspruchung sind diese meist unter 45° zur Spannungsachse orientiert. Mit zunehmender Rißlänge wächst die Spannungskonzentration an der Rißspitze, ein weiteres Gleitsystem wird aktiviert und der Riß wächst durch abwechselnde Betätigung zweier Gleitsysteme. Der Riß ist senkrecht zur Spannungsachse orientiert, Poren entstehen vor der Rißspitze. Zuletzt versagt die Probe durch Gewaltbruch.

Die Rißausbreitung wird bei einkristallinen Ni-Basislegierungen von der Probenorientierung, der Beanspruchungsfrequenz, der Höhe der Belastungen, der Temperatur und der Morphologie der γ' -Phase beeinflusst [Chan87, Lerc90]. Unterhalb von einer kritischen Temperatur wachsen die Risse längs der $\{111\}$ -Ebenen [Chan87], bei Temperaturen über der kritischen Temperatur verläuft die Rißausbreitung bei kleinen Spannungsintensitäten makroskopisch senkrecht zur Belastungsrichtung und mikroskopisch als eine Aneinanderreihung kleiner Rißflächen vieler $\{111\}$ -Ebenen. Bei größeren Spannungsintensitäten breiten sich die Risse, wie bei unterhalb der kritischen Temperatur, makroskopisch auf $\{111\}$ -Ebenen aus [Anto94], d.h. die Risse sind dann bei $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben in einem Winkel von 54° zur Lastrichtung orientiert.

Von Ott [Ott97] wurde die Rißbildung bei LCF ($T = 950^\circ \text{ C}$, Dehnrates: $9 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) an CMSX-4-Proben untersucht. Risse entstehen ausschließlich in der aus Al_2O_3 und NiO bestehenden Oxidhaut. Unter dieser Oxidhaut ist eine Zone, in der keine γ' -Ausscheidungen vorhanden sind. Die Risse laufen bei der Rißinitiierung senkrecht zur Lastrichtung und orientieren sich auch bei größeren Rißlängen nicht kristallographisch. Rißverzweigung und Nebenrisse parallel zum Hauptriß werden beobachtet, die Oberfläche der Risse ist oxidiert. Wenn durch eine Vorverformung das γ - γ' -Gefüge aus Platten senkrecht zur Lastrichtung besteht, breiten sich die Risse entlang der γ - γ' -Phasengrenze aus.

Zur Veränderung der Ausscheidungsmorphologie nach zyklischer Belastung sind in der Literatur im Vergleich zur Morphologieveränderung bei Kriechbelastung nur wenig Informationen vorhanden. Einige Autoren finden keine Gefügeveränderung [Byun95, Deca94], andere Autoren berichten, dass sich die Ecken der Würfel auflösen bzw. die Ausscheidungen kugelförmig werden [Zhan95, Hwan89, Gabb86, 89]. Gerichtete Vergrößerung in und senkrecht zur Belastungsrichtung analog zu den Kriechversuchen wird beobachtet, wenn eine Mittelspannung ungleich null vorlag [Anto79, Kraf95]. Nach Portella [Port90] und anderen Autoren, z.B. Kraft [Kraf95], entsteht eine Plattenstruktur, bei der die Platten bei $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben parallel zu den $\{111\}$ -Ebenen wachsen. Antolovich [Anto81] beobachtet bei einer Temperatur von 1050° C außer einer Abrundung der γ' -Phase eine Verringerung des γ' -Volumenanteils.

Nach Portella [Port96] ist die Veränderung des Gefüges bei LCF abhängig von der Verformungsgeschwindigkeit. Bei einer hohen Verformungsgeschwindigkeit, d.h. einer Dehnrates von $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bei der Belastung, verändert sich das Gefüge nicht, bei langsamerer Geschwindigkeit, d.h. einer Dehnrates von $1 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, prägt sich eine Plattenstruktur aus. Da diese Platten parallel zu den Gleitebenen des oktaedrischen Gleitsystems liegen, sind sie nur schwache Hindernisse für die Versetzungen. Es ist eine starke Entfestigung zu beobachten. Von Kraft [Kraf93] wird auch berichtet, dass sich in der Matrix sekundäre γ' -Ausscheidungen einer Größe von etwa 50 nm bilden, wie dies von Ott auch bei CMSX-4 festgestellt wurde [Ott97].

2.7 Schädigung

Unter Schädigung wird hier der Abfall der mechanischen Festigkeit unter betriebsnaher Belastung verstanden. Allgemein können Kriech-, Ermüdungs- und Korrosionsschädigung unterschieden werden. Das Versagen erfolgt unabhängig von der Schädigungsart durch den Verlust des tragenden Querschnittes. Bei jeder Schädigung können vier Stufen in ihrem Ablauf unterschieden werden: Einer Gefügeveränderung folgt eine Rißentstehung, die Rißausbreitung und das Versagen der Bauteile. Es gibt Wechselwirkungen zwischen verschiedenen Schädigungsmechanismen. Im Hochtemperaturbereich muss zusätzlich eine thermisch aktivierte Schädigung, wie z.B. das Gleiten von Korngrenzen, berücksichtigt werden.

Eine Methode, um die Schädigung durch Kriechen, Ermüdung und Korrosion gleichzeitig berücksichtigen zu können, ist die lineare Schadensakkumulation. Von Robinson [Robi38] wurde sie für den Kriechbruch bei wechselnder Kriechbeanspruchung definiert:

$$D_c = \sum_{i=1}^m \frac{t_i}{t_{if}}, \quad (2.24)$$

wobei t_i die Kriechdauer bei einer bestimmten Belastung und t_{if} die Kriechlebensdauer bei dieser Belastung ist. Bei einem Wert von $D=1$ versagt der Werkstoff. Miner [Bürg98] schlug analog dazu ein Kriterium für die Ermüdung vor:

$$D_{fat} = \sum_{j=1}^m \frac{N_j}{N_{jf}}, \quad (2.25)$$

wobei N_j die Zahl der Lastwechsel bei der jeweiligen Dehnungsamplitude und N_{jf} die Zahl der Lastwechsel bei dieser Amplitude bis zum Bruch ist. Nach Cai [Cai99] ist zusätzlich eine Schädigungsterm D_{ox} für Oxidation zu beachten. Über die Manson-Coffin-Beziehung wird die Bruchlastspielzahl N_f mit der plastischen Dehnungsschwingbreite $\Delta \varepsilon_p$ und diese mit mikroskopischen Prozessen in Zusammenhang gebracht. Analog wird bei Kriechschädigung mit Hilfe der Monkman-Grant-Beziehung die Lebensdauer mit der stationären Dehnrates und diese

mit Vorgängen im Gefüge verknüpft (siehe z.B. [Danz87]). Nach Rabotnov [Rabo68] besteht eine Abhängigkeit der Dehnrate von der Spannung, der Temperatur und einem Schädigungsparameter ω . ω wird als Querschnittsabnahme, z.B. durch Risse und Poren, interpretiert. Es wird eine wirksame Spannung σ^* definiert:

$$\sigma^* = \frac{\sigma}{(1-\omega)}. \quad (2.26)$$

Aus der Norton-Beziehung erhält man:

$$\dot{\varepsilon} = \varepsilon_0 \left(\frac{\sigma}{1-\omega} \right)^n \quad (2.27)$$

und

$$\dot{\omega} = \left(\frac{\sigma}{1-\omega} \right)^k. \quad (2.28)$$

Die angelegte Spannung σ_a wird in eine effektive Spannung σ_e und eine innere Spannung σ_i , die der angelegten Spannung entgegenwirkt, unterteilt.

$$\sigma_a = \sigma_i + \sigma_e \quad (2.29)$$

Die innere Spannung ist abhängig vom Werkstoff, den Gefügeparametern [Carr77, Arse88], der Versuchstemperatur und der angelegten Spannung [Carr78]. Sie wird durch Spannungsfelder um Versetzungen bzw. durch Schneidspannung, Quergleitspannung und Peierls-Spannung bestimmt.

2.8 Härte

2.8.1 Zusammenhang mit mechanischen Kennwerten

Um Veränderungen der mechanischen Eigenschaften nach einer Verformung lokal charakterisieren zu können, werden Mikrohärtemessungen eingesetzt. Ursachen für die Veränderung der Härte können Gefügeveränderungen, eine Veränderung der Versetzungsanordnung oder eine Veränderung der Ausscheidungsverteilung sein [Carl01a, b, Rodr96]. Oft wird zwischen den Härtewerten und Werkstoffkennwerten ein empirischer Zusammenhang hergestellt. Schmidt [Schm92] stellte eine Abhängigkeit der Härte von der Zugfestigkeit und vom Verhältnis $R_{p0,2}/R_m$ fest. Nach Tabor [Habi80] besteht eine lineare Abhängigkeit der Härte von der Streckgrenze:

$$HV = C_4 \cdot R_e, \quad (2.30)$$

C_4 ist eine Konstante mit einem Wert von etwa 3.

2.8.2 Orientierungsbestimmung

In einem kubisch flächenzentrierten Einkristall erfolgt die Versetzungsbewegung bei einer plastischen Verformung bei Raumtemperatur auf vier unabhängigen $\{111\}$ -Gleitebenen der Oktaedergleitsysteme. Je nach der kristallographischen Orientierung treten nach einem Härteeindruck bei einkristallinen Proben unterschiedliche Gleitebenen an die Schliifffläche. Bei unbekannter Orientierung kann aus den Winkeln der Gleitlinien in der Schliifffläche auf die Orientierung der Probe geschlossen werden. Von Chang [Chan96] wird eine numerische Methode vorgeschlagen, die Orientierungsbestimmung von Einkristallen durch eine Analyse der Gleitlinien bei Härtemessung festzustellen.

Sind die Proben in $\langle 001 \rangle$ -Richtung orientiert, dann sind in der Schliifffläche nur zwei unabhängige Gleitliniensysteme zu erkennen, die senkrecht aufeinander stehen. Bei $\langle 111 \rangle$ -Orientierung der Proben treten drei unabhängige Gleitliniensysteme in der Schliifffläche auf, die jeweils einen Winkel von 60° einschließen.

2.8.2 Anisotropie der Härte

Eine Richtungsabhängigkeit der Härte in einkristallinen Materialien wird von verschiedenen Autoren berichtet, z.B. von Hannink, Brookes und Garfinkle [Hann72, Broo71, Garf68]. Daniels [Dani49] bestimmte Härtewerte nach Knoop unter Variation des Winkels zwischen der kristallographischen $\langle 110 \rangle$ Richtung und der längeren Diagonalen des Knoop-Eindringkörpers in verschiedenen Ebenen ($\{100\}$, $\{110\}$ und $\{111\}$). Die gemessenen Härtewerte variieren zyklisch mit der kristallographischen Orientierung des Eindruckes. Die über alle Orientierungen in einer Prüfebene gemittelten Werte stimmten überein, unabhängig von der untersuchten Ebene.

Aus den experimentellen Ergebnissen entwickelte Daniels ein Modell für die Abhängigkeit der Härte von der Orientierung kubisch-raumzentrierter und hexagonaler Einkristalle. Die Anisotropie der Härte hängt dabei von den resultierenden Schubspannungen in den während der Verformung aktiven Gleitsystemen ab, wobei die resultierende Schubspannung von den Winkeln λ bzw. ϕ zwischen Belastungsrichtung und Gleitrichtung bzw. Gleitebenen-Normalen nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz abhängig ist. Die effektiv wirkende Schubspannung τ_e ergibt sich zu

$$\tau_e = \sigma \cos \lambda \cos \phi \cos \psi . \quad (2.32)$$

Der Faktor $\cos \psi$ berücksichtigt die Rotation der Gleitebenen durch den Härteeindruck. Dieses Modell schließt Gleitung auf den kubischen $\{110\}$ -Ebenen aus. Brookes [Broo71] erweiterte Gleichung 2.32 so, dass die Anisotropie der Härte in Einkristallen unabhängig von der Kristallstruktur und -orientierung beschrieben wird. Die Anisotropie des Elastizitätsmodules in Einkristallen und deren Einfluß auf die Anisotropie der Härte wird in allen Modellen nicht berücksichtigt.

3. Versuchsdurchführung

3.1 Werkstoff und Wärmebehandlung

Als Werkstoff wurde die einkristalline Nickelbasislegierung CMSX-4 verwendet. Diese Legierung wurde von der Cannon-Muskegon Corporation (Michigan, USA) entwickelt. Die zylindrischen Rohlinge ($d = 16,8 \text{ mm}$, $l = 95 \text{ mm}$) wurden von der Howmet Corporation (USA) gegossen und geliefert. Die Zusammensetzung der Legierung ist in Tab. 3.1 angegeben. An den Vakuum-Feinguß nach dem Bridgman-Verfahren schloss sich die in Tab. 3.2 angegebene Wärmebehandlung zur Einstellung des Ausgangsgefüges an.

Element	Cr	Al	Ti	Mo	W	Ta	Co	Re	Hf	Ni
Gew. %	6,4	5,7	1	0,6	6,3	6,5	9,5	2,9	0,1	Rest

Tab. 3.1: Zusammensetzung der Legierung CMSX-4 (Herstellerangabe)

	Temperatur [°C]	Heizrate [K/min]	Haltezeit [h]	Umgebung
Lösungsglühen	1277	45	2	Vakuum
	1288	10	2	Vakuum
	1269	8	2	Vakuum
	1305	8	2	Vakuum
	1310	8	6	Vakuum
Abkühlen	20	150-400		Argon
Auslagern	1140		6	Luft
	870		16	Luft

Tab. 3.2: Wärmebehandlung zur Einstellung des Ausgangsgefüges

3.2 Hochtemperaturversuche

Es wurden Kriechversuche und zyklische Versuche bei Temperaturen von 850°C , 950°C und 1050°C und mit $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben durchgeführt. Die jeweilige Orientierung bedeutet hier, dass die Belastungsrichtung nahe an dieser Richtung in der Ni-Elementarzelle liegt. Dehnungsgesteuerte Versuche bei 850°C und 950°C wurden vom Fachgebiet für Maschinenelemente und Maschinenakustik (MEMAK, TU Darmstadt), alle weiteren Hochtemperaturexperimente vom Institut für Werkstoffkunde (IfW, TUD) durchgeführt.

Für die Kriechversuche wurden Proben entsprechend Abb. 3.1a, für die zyklischen Versuche wurden Proben entsprechend Abb. 3.1b verwendet. Die Proben wurden aus den zylindrischen Rohlingen gedreht und anschließend geschliffen.

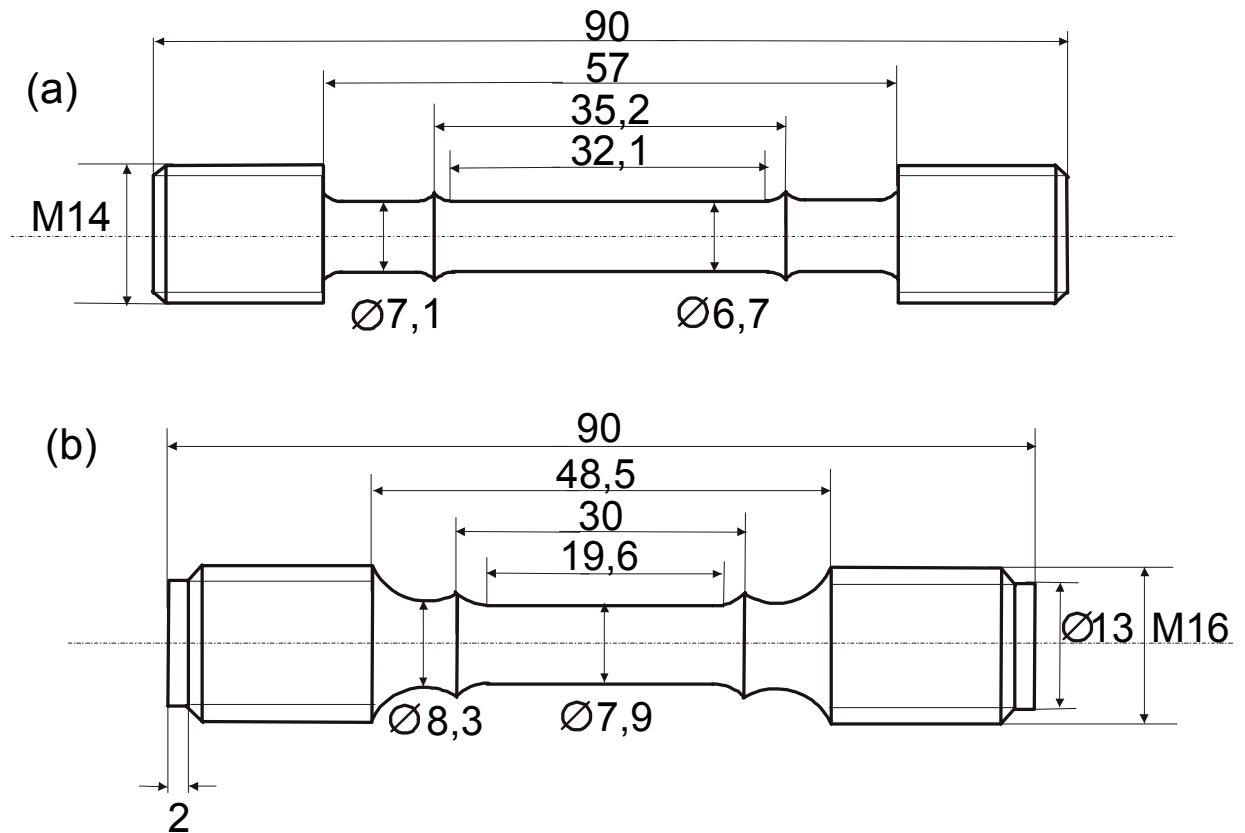


Abb. 3.1: Probengeometrie der (a) für Kriechversuche und (b) für zyklische Versuche verwendeten Proben

Die Versuche am Fachgebiet MEMAK wurden mit einer elektromechanischen Prüfmaschine vom Typ RMC 100 (± 100 kN, Schenck Trebel, Ratingen) durchgeführt. Die Kraftmessung erfolgte mit einer Meßdose vom Typ PM100Rn (Hottinger Baldwin Meßtechnik, Darmstadt), zur Wegmessung dienen Axialtensiometer mit induktiven Wegaufnehmern vom Typ W5K mit einem maximaler Meßbereich ± 5 mm. Die Temperaturregelung erfolgte mit einer PID-Regelung vom Typ Eurotherm 815 (Eurotherm, Limburg) an einem Widerstandsofen (RWA2, Schenck).

Die dehnungsgesteuerten Versuche am IfW wurden mit servohydraulischen Dehnwechselprüfmaschinen (± 100 kN) durchgeführt. Die Versuchstemperatur wurde mit einem 1-Zonen-Infrarot-Strahlungsofen erzeugt. Die Kriechversuche wurden am IfW mit Zeitstandeinzelprüfmaschinen durchgeführt, wobei die Prüfspannung in Form von Gewichten (und ohne weitere Regelung) aufgebracht wurde und zur Messung des Weges kapazitive Wegaufnehmer dienen. Die Versuchstemperatur wurde durch einen 1-Zonen-Widerstandsofen erzeugt. Die Temperaturmessung erfolgte mit Pt-Rh 10%-Pt-

Thermoelementen vom Typ S, das einen geringen Temperaturdrift über lange Versuchszeiten aufweist.

Die zyklischen Versuche wurden als Zug-Druck-Wechselversuche durchgeführt (Abb. 3.2). Die Gesamtdehnungsschwingbreite $\Delta\varepsilon$ wurde für jeden Versuch individuell festgelegt. Außer Temperatur und kristallographischer Orientierung wurden die Frequenz und damit die Dehnrates variiert ($1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

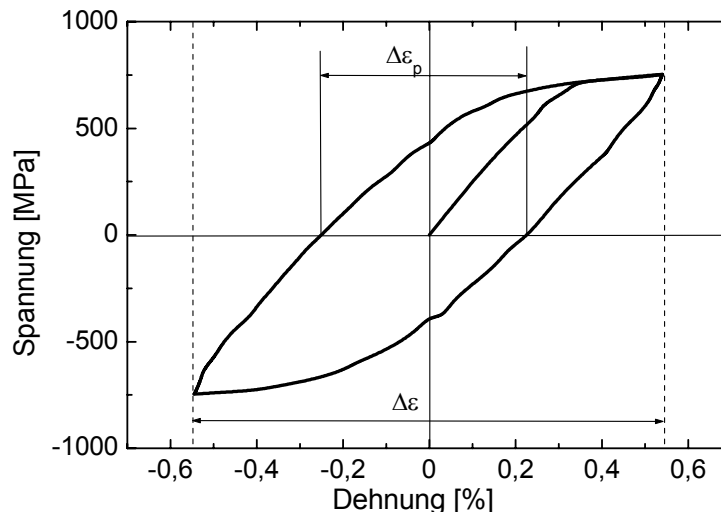


Abb. 3.2: Dehnungs-Spannungsverlauf eines zyklischen Versuches (850° C , $\langle 111 \rangle$, $1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$)

Bei den Kriechversuchen (Abb. 3.3) wurden kristallographische Orientierung, Temperatur und die angelegte Spannung variiert. Eine ausführliche Zusammenstellung aller Versuche und Versuchsparameter befindet sich im Anhang.

Um zu untersuchen, ob die Schädigung bei Kriechversuchen reversibel ist, wurde ein Versuch zur Schädigungsheilung durchgeführt. Dazu wurde einer geschädigten und gebrochenen Kriechprobe (A105z3) unterhalb der Bruchfläche eines der beiden Bruchstücke eine zylindrische Druckprobe entnommen und diese bei einer Temperatur von 900° C für 10 h mit einer angelegten Spannung von 180 MPa belastet. Von dieser Hochtemperaturdruckprobe wurde, wie auch vom anderen Bruchstück der Kriechprobe, ein Schliff angefertigt.

Zusätzlich zu den zyklischen Versuchen und den Kriechversuchen wurden auch Zugrelaxationsversuche durchgeführt, die in der vorliegenden Arbeit nicht weiter beschrieben werden und im Anhang zusammengefaßt sind.

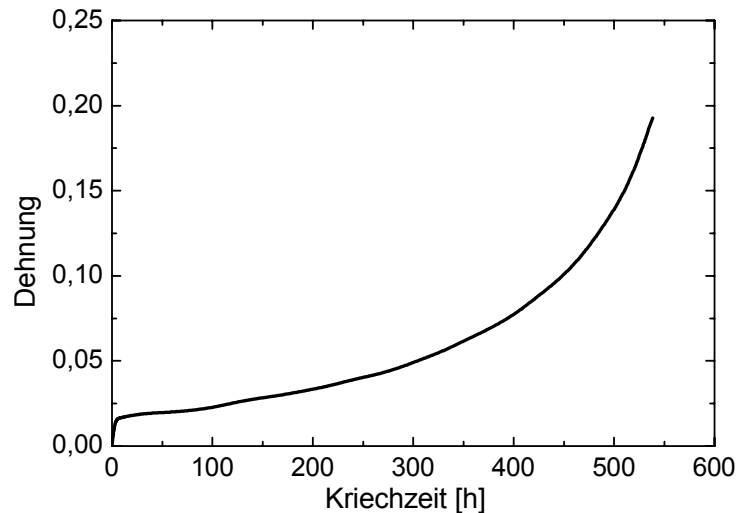


Abb. 3.3: Dehnungsverlauf eines Kriechversuches (850° C, 518 MPa)

3.3 Metallographie

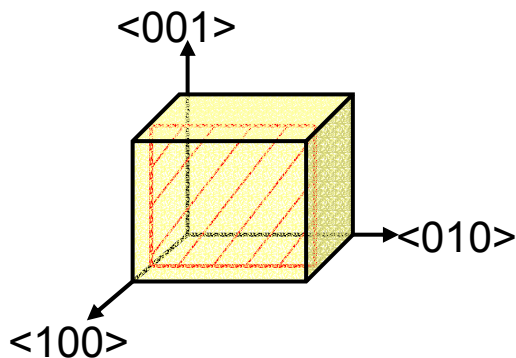


Abb.3.4a: <001>-Orientierung

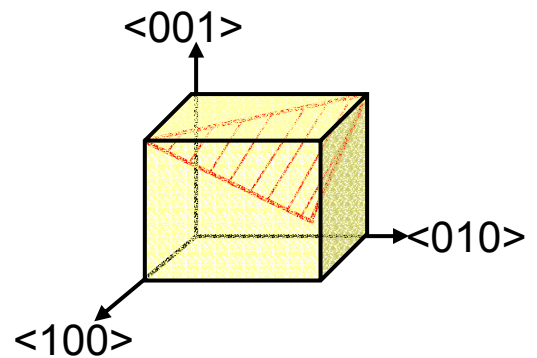


Abb. 3.4b: <111>-Orientierung

Abb. 3.4: Schema des Schnittes durch die Ausscheidungen bei der Schliiffherstellung

Zur metallographischen Untersuchung wurden aus den Hochtemperaturproben nach den Versuchen sowohl aus dem Gewinde als auch aus dem mechanisch belasteten Teil Schlifflinien in Belastungsachse (Längsschliffe) und Proben quer zur Belastungsachse entnommen (Querschliffe). Dazu wurden die Proben mit einer Cuto-1 (Buehler/Wirtz, Düsseldorf) getrennt und anschließend in Varidur 20 (Buehler/Wirtz) kalt eingebettet. Die Entnahme der Längsschliffe erfolgte dabei so, daß die <001>- bzw. die <111>-Richtung und die Belastungsachse in der Schliffebene lagen (s. Kap.3.8). Die Ausscheidungen wurden bei <001>-Orientierung parallel zu den {001}-Ebenen geschnitten und erscheinen als Würfel, bei <111>-Orientierung wurden die Ausscheidungen parallel zu den {121}-Ebenen geschnitten

(Abb. 3.4). Die genaue Orientierung des Längsschliffes konnte in Querschliffen bestätigt werden.

Die Proben wurden zunächst bei einer Körnung von 500 manuell vorgeschliffen und entgratet. Hiernach wurden die Proben mit Körnungen von 800, 1200, 2400 und 4000 an einer halbautomatischen Schleif- und Poliermaschine (Phoenix 4000, Wirtz) naß geschliffen. Alternativ wurden die Proben nach dem Vorschleifen mit Diamantschleifscheiben (Piano 600 und Largo 9µm, Struers, Rodovre, DK) geschliffen. Nach jeder Schleifstufe wurden die Proben mit Wasser gespült.

Die Proben wurden dann mit 3 µm Diamantpaste poliert (Schmiermittel DP-Lubricant blau, Struers). Anschließend wurden die Proben mit einer Al₂O₃-partikelhaltigen Poliersuspension (Masterprep, Struers) poliert. Zwischen den Polierschritten wurde die Probe mit Ethanol gereinigt.

Zum Anätzen des γ - γ' -Gefüges wurden Ätzmittel nach Epishin [Epis00], Schneider [Schn93] und nach Weck [Petz94] verwendet. Die Ergebnisse hierbei waren wenig zufriedenstellend, so daß eine eigene Ätzlösung entwickelt wurde (5ml Ethanol, 2,5ml HNO₃ (67%), 6ml HF (37%)), die selektiv die γ' -Ausscheidungen in dem Gefüge angreift und herauslöst.

3.4 Mikroskopie

3.4.1 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen

Die Poren und Risse wurden mit einem Rasterelektronenmikroskop vom Typ DSM 962 (Zeiss, Oberkochen) im Rückstreuелеktronenmodus untersucht. Bei jeder Messung wurden mindestens 10 Bilder mit einer Fläche von jeweils 580 µm · 420 µm ausgewertet.

Angeätzte γ - γ' -Gefüge wurden mit Hilfe eines hochauflösenden Rasterelektronenmikroskop vom Typ XL-30 FEG (Philips, Eindhoven) im Sekundärelektronenmodus untersucht. Durch Höhenunterschiede im Gefüge nach der Ätzung erscheinen die Ausscheidungen dunkel und die Matrix hell. Bei der Untersuchung der Proben wurde die Vergrößerung so an die Größenverhältnisse der Gefüge angepaßt, daß etwa 30 Ausscheidungen auf einem Bild zu sehen waren. Dabei lag die Vergrößerung zwischen 15.000fach und 60.000fach.

3.4.2 Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen

TEM-Untersuchungen wurden an Druckproben mit unterschiedlicher Orientierung durchgeführt. Die Proben wurden jeweils in Belastungsrichtung und senkrecht dazu mit einer Trennmaschine (Minitom, Struers, Willich) mit einer Umdrehungszahl von 150 Umin⁻¹ in Scheiben von etwa 200-500 µm getrennt. Diese Scheiben wurden anschließend unter Verwendung von Schleifpapier der Körnung 1200 auf eine Dicke von 100 µm geschliffen. Aus diesen Scheiben wurden runde Proben ausgestanzt. Diese Proben wurden mit Schleifpapier der Körnung 1200 entgratet und dann weiter mit Schleifpapier der Körnung 2400 und 4000 auf Enddicken von maximal 70 µm geschliffen. Die Dicke der Proben wurde an einem Stereomikroskop (Stemi SV, Zeiss, Oberkochen) kontrolliert. Nach dem Schleifen

wurden die Proben poliert, zuerst mit 3 µm Diamantpaste (Schmiermittel DP-Lubricant blau, Struers), dann mit einer Al₂O₃-partikelhaltigen Poliersuspension (Masterprep, Struers).

Die Proben wurden elektrolytisch gedünnt. In einem Elektropoliergerät vom Typ Tenupol 2 (Struers) wurde die Probe als Anode gegen ein V2A-Blech geschaltet. Als Elektrolyt wurde eine Lösung von 10 % Perchlorsäure in Ethanol verwendet. Der Elektrolyt wurde in einem isolierten Behälter mit Hilfe eines Kühlaggregates (RML 6, Lauda, Lauda-Königshofen) auf eine Temperatur von -15 °C gekühlt. Am Poliergerät wurde eine Pumprate von 5 und an einem externen Netzteil (TNG 35, Voltcraft) eine Spannung von 30 V eingestellt. Es ergaben sich je nach Ausgangsdicke der Probe Ätzzeiten von unter einer Minute. Bei längeren Ätzzeiten wurde die Matrixphase selektiv angeätzt.

Die TEM-Untersuchungen wurden an einem Philips CM 200 UT durchgeführt. Die Kathodenspannung betrug 200 kV. Zur Analyse der Versetzungsstrukturen wurden Hell- und Dunkelfeldabbildungen bei Vergrößerungen bis 60.000fach angefertigt.

3.4.3 Lichtmikroskopische Untersuchungen

Die Form von Härteeindrücken nach Brinell und Vickers und die Untersuchung der Oberflächen der durchgeführten Proben erfolgte an einem Lichtmikroskop (Typ Zeiss Axiophot). Bilder wurden mit einer Digitalkamera (Nikon DXM 1200) aufgenommen.

3.5 Gefügeanalyse

3.5.1 γ-γ'-Gefüge

Die Grenzflächendichte S_V für das jeweilige Gefüge wurde nach der Formel

$$S_V = \frac{2P}{L} \quad (3.1)$$

berechnet, wobei P die Anzahl der Schnittpunkte der Meßlinie mit der γ-γ'-Phasengrenzen ist und L die Länge der Meßlänge ist. Um S_V unabhängig von einer eventuellen Orientierung des Gefüges bestimmen zu können, wurden als Meßlinien Kreise gewählt (Abb. 3.5).

Weiterhin wurden in vier verschiedene Orientierungen, nämlich horizontal, vertikal sowie unter 45° von links oben nach rechts unten und unter 45° von rechts oben nach links unten Meßlinien über das Gefüge gelegt. Aus diesen Daten wurden die mittlere Ausscheidungsgröße und der mittlere Ausscheidungsabstand in der jeweilige Richtung berechnet.

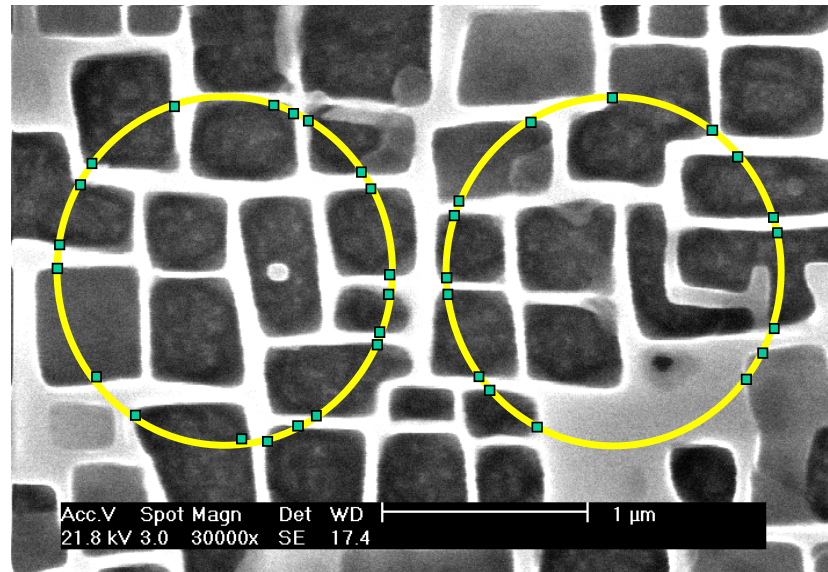


Abb. 3.5: Messung der Grenzflächendichte am γ - γ' -Gefüge

3.5.2 Porosität

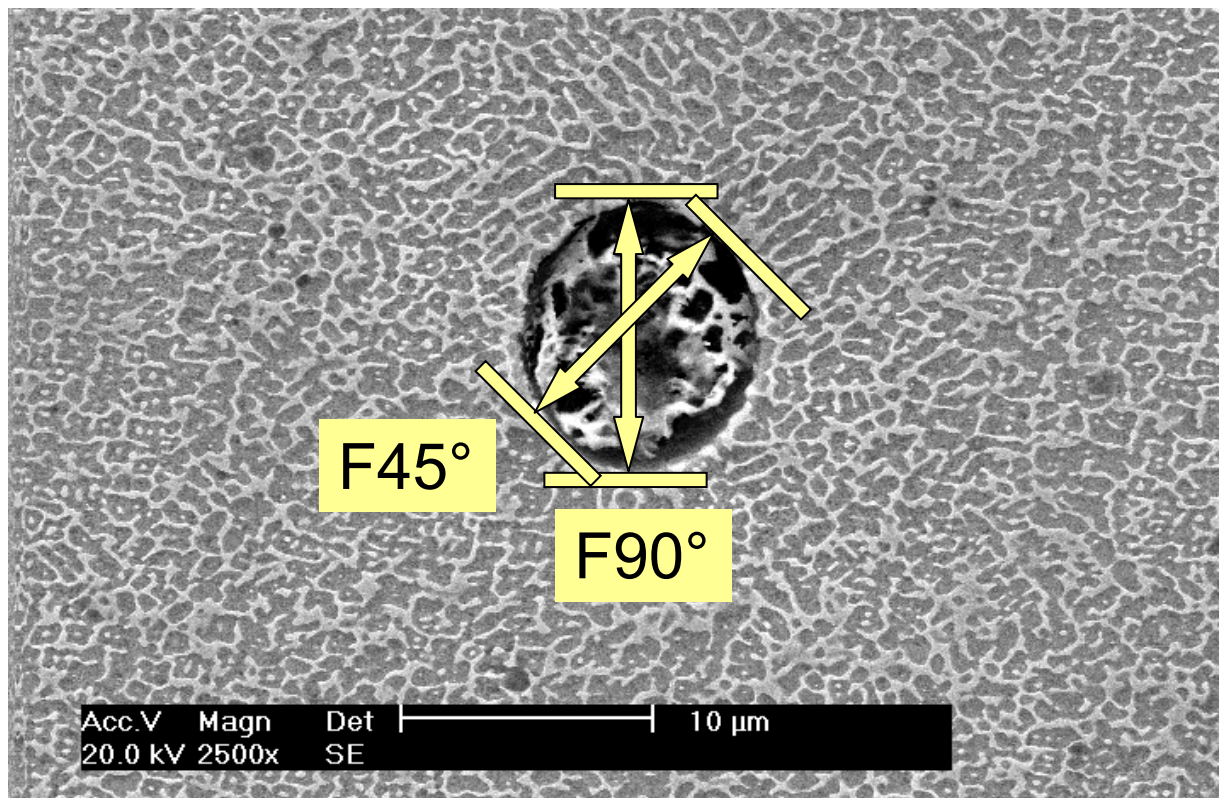


Abb. 3.6: Messung des Feretdurchmessers unter zwei verschiedenen Winkeln

Die Bilder der Poren und Risse wurden mit einer Qwin Standard Software (Leica, Wetzlar) ausgewertet. Dabei wurden sowohl der Gesamtvolumenanteil der Risse und Poren und die Zahl der Poren pro Fläche gemessen als auch die einzelnen Poren in Größe und Form vermessen. Poren konnten ab einem maximalen Feretdurchmesser von 1,8 µm detektiert werden. Die Feretdurchmesser der einzelnen Poren wurde unter acht verschiedenen Winkeln gemessen (0°, 22,5°, 45°, 67,5°, 90°, 112,5°, 135° und 157,5°, siehe Abb. 3.6). Der Winkel 90° entspricht der Belastungsrichtung. Weiterhin wurde als Maß für die Ausrichtung der Poren und Risse der Winkel des maximalen Feretdurchmessers bestimmt.

Als Maß für die Streckung der Poren wurden der Parameter f_1 und als Maß für die Orientierung der Poren der Parameter α_1 verwendet, wobei

$$f_1 = \frac{F_{\max}}{F_{\min}} \text{ und } \alpha_1 = \frac{F_{0^\circ}}{F_{90^\circ}} \quad (3.2)$$

mit F_{\min} bzw. F_{\max} als minimalen bzw. maximalen und F_{90° bzw. F_{0° als Feretdurchmesser in 90°- bzw. 0°-Richtung.

3.6 Härtemessung

3.6.1 Härte nach Vickers

Die Härtemessungen nach Vickers wurden mit einem Härteprüfer M-400-G2 (Leco, München) mit Prüflasten von 500 g nach DIN EN ISO 6507-1 durchgeführt. Die Belastungsdauer betrug 15 s und die Absenkgeschwindigkeit 10 µms⁻¹. Um ein exaktes Aufbringen der Prüfkraft zu gewährleisten, wurden die polierten Schlitze in eine Halterung eingeschraubt (Abb. 3.7). Die Härteprüfung erfolgte an Längsschliffen aus dem Gewinde der Proben. Es wurden jeweils sieben Eindrücke verteilt über den Probenkörper aufgenommen. Dafür wurde die Probe so ausgerichtet, dass die zwei Spitzen der Grundfläche des Härteeindrucks in Richtung der Probenachse weisen.

Zur Untersuchung der Anisotropie der Härte wurden an ausgewählten Proben unter Variation des Winkels zwischen den Diagonalen des Eindrucks und der Probenorientierung Härtemessungen mit einer Prüflast von 1000 g durchgeführt. Diese Variation des Winkels erfolgte durch eine Ausrichtung des Probenhalters an einer fixierten Skala (s. Abb. 3.7). Zusätzlich zur Messung der Diagonalen der Grundfläche der Härteeindrücke wurde der Grundflächeninhalt der Härteeindrücke bestimmt.

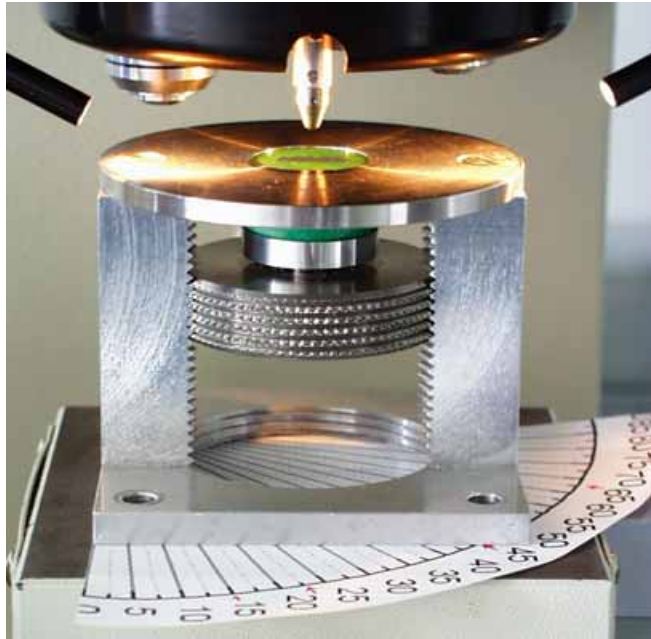


Abb. 3.7: Härtemessungen nach Vickers

3.6.2 Härte nach Brinell

Die Härtemessung nach Brinell wurde mit einem Härteprüfer Dia Testor 2Rc (Otto Wolpert, Ludwigshafen) mit Prüflasten von 50 kg unter Verwendung einer Kugel mit einem Durchmesser von 1,25 mm durchgeführt. Die Belastungsdauer betrug 15 s.

3.7 Druckversuche

Zylindrischen Druckproben ($d_0 = 6 \text{ mm}$, $l_0 = 10 \text{ mm}$) wurden aus den Gewinden der Hochtemperaturversuche in Probenachse entnommen. Dabei entsprachen die Proben mit ihrem l_0 zu d_0 Verhältnis von 1,67 der Forderung von $1 \leq l_0 / d_0 \leq 2$ (DIN 50 106). Die Druckversuche wurden bei Raumtemperatur mit einer spindelgetriebenen Prüfmaschine (RSA 100, Schenck, Darmstadt) weggesteuert mit einer konstanten Traversengeschwindigkeit von $0,02 \text{ mm s}^{-1}$ durchgeführt. Dies entspricht einer Anfangsdehnrates von $0,002 \text{ s}^{-1}$. Die Kraftmessung erfolgte mit einer Meßdose (PM 100 K, Schenck) mit einer Maximalkraft von 100 kN. Die Kraft, der Traversenweg und die Zeit wurden digital erfaßt. Zwischen die Druckplatten und die Probe wurden Hartmetallplatten eingesetzt (Abb. 3.8). Die Reibung zwischen den Hartmetallplatten und der Probe wurde durch Teflonfolie vermindert. Probendurchmesser und Anfangsmeßlänge wurden mit Hilfe einer Mikrometerschraube ausgemessen (Genauigkeit: 0,01mm). Die 0,2%-Stauchgrenze konnte aus dem technischen Spannungs-Dehnungsdiagramm bestimmt werden, da in diesem Bereich der Unterschied zwischen technischer und wahrer Spannung gering ist und in der Meßstreuung verschwindet.

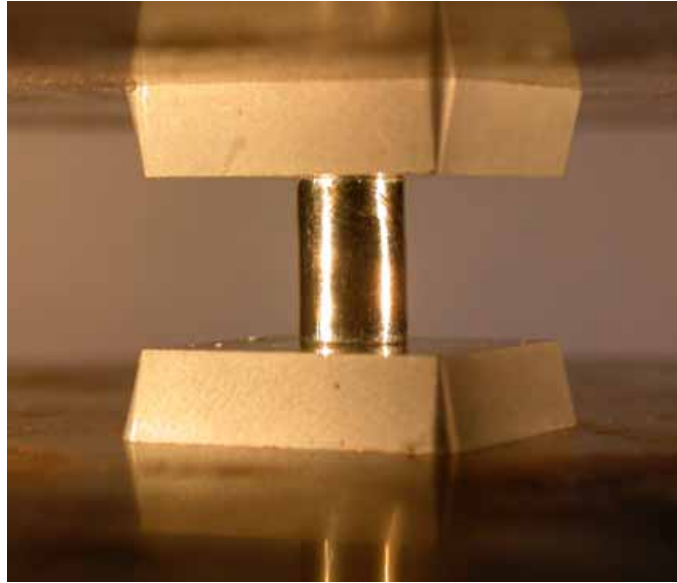


Abb. 3.8: Druckprüfung

3.8 Röntgenographische Untersuchungen

Die kristallographische Orientierung der Proben wurde vor der Durchführung der Hochtemperaturversuche mit dem Laue-Verfahren überprüft. Um eine einheitliche Trennrichtung für alle Proben zu gewährleisten, wurde mit Hilfe der Röntgenbeugung die Abweichung der Probenachse von der idealen $\langle 001 \rangle$ - bzw. $\langle 111 \rangle$ -Orientierung bestimmt. Von den geprüften Proben wurde eine etwa 1 mm dicke Scheibe herausgetrennt und die kristallographische Orientierung in einem 4-Kreis-Diffraktometer (Eulerwiegegeometrie, Stoe, Heidelberg) bestimmt. Die Kathode (FiCo-4LE, Siemens, München) wurde bei einer Spannung von 40 kV und einem Kathodenstrom von 30 mA betrieben. Je nach Orientierung der Probe wurde die Lage eines Röntgenreflexes ausgemessen. Aus der Abweichung des Reflexes von der erwarteten Lage konnte die Lage der kristallographischen Achse und damit ihre Abweichung von der Probenachse festgestellt werden. Für $\langle 001 \rangle$ -orientierte Proben wurde der 002-Reflex verwendet, für $\langle 111 \rangle$ -orientierte Proben wurde der 111-Reflex verwendet (Tabelle 3.3). Der 2θ -Winkel und der ω -Winkel wurden konstant gehalten, der χ -Winkel wurde um $\pm 15^\circ$ und der ϕ -Winkel wurde um 360° variiert.

	$2\theta [^\circ]$	$\omega [^\circ]$	$\chi [^\circ]$	$\phi [^\circ]$
200-Reflex	59,631	29,816	-75 bis -105	0 bis 360
220-Reflex	90	45	-75 bis -105	0 bis 360
111-Reflex	51,098	25,549	-75 bis -105	0 bis 360

Tab. 3.3: Lage der Röntgenreflexe bei der Bestimmung der kristallographischen Achse

4. Gefügeveränderungen und deren Charakterisierung

4.1 Ausgangsgefüge

Das Ausgangsgefüge ist nach der Wärmebehandlung (Kap. 3.1) dendritisch (Abb. 4.1a). Als Unregelmäßigkeiten, an denen eine Schädigung beginnen könnte, liegen im Gefüge sowohl Poren (Abb. 4.1b) als auch wenige Stellen Resteutektika vor (Abb. 4.1c). Die Poren befinden sich zwischen den Dendriten. Da bei den einkristallin erstarrten Nickelbasislegierungen keine thermomechanische Weiterverarbeitung erfolgt, bleibt die Porosität, die bei der Herstellung durch Schrumpfung während der Erstarrung sowie durch Gasübersättigung entsteht, im Gefüge erhalten [Gold94].

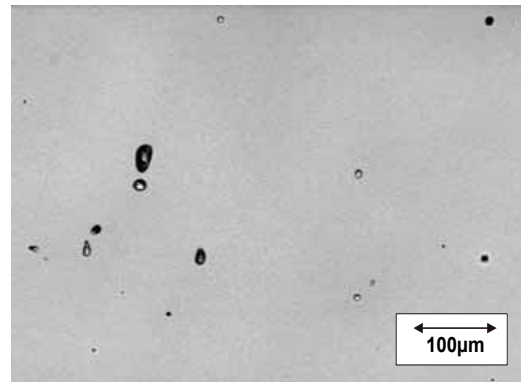
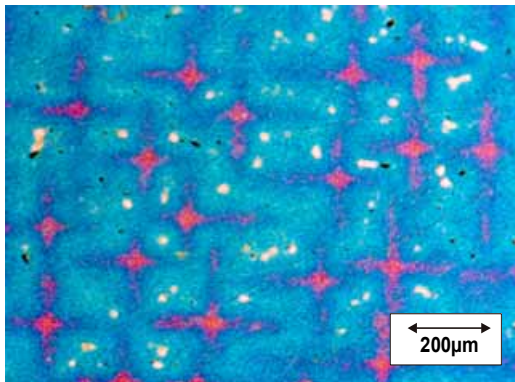


Abb. 4.1a: Angeätzte dendritische Struktur Abb. 4.1b: Poren im Gefüge

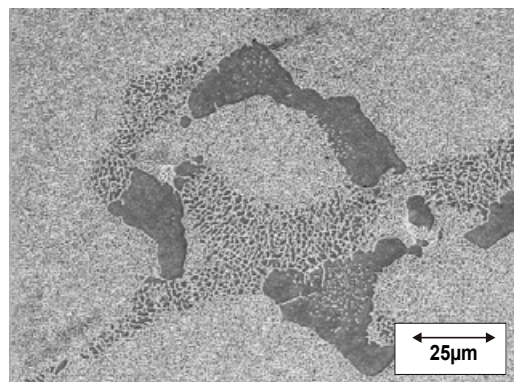


Abb. 4.1c: Resteutektikum im Gefüge

Abb. 4.1: Gefüge des Ausgangsmaterials

Die würfelförmigen γ' -Ausscheidungen im Gefüge der Ausgangsproben wurden bei Proben, die in $\langle 001 \rangle$ -Orientierung erstarrt waren, parallel zu den Würfelseiten geschnitten und erscheinen damit quadratisch (Abb. 4.2a). Durch Ausmessen einzelner Ausscheidungen und Ausscheidungsabstände wurde eine Kantenlänge von $0,47 \pm 0,02 \mu\text{m}$ und ein Abstand von $0,08 \pm 0,01 \mu\text{m}$, durch Linearanalyse eine Kantenlänge von $0,5 \pm 0,05 \mu\text{m}$ und ein Abstand von $0,15 \pm 0,02 \mu\text{m}$ ermittelt. Bei den Proben, die in $\langle 111 \rangle$ -Orientierung erstarrt waren,

wurden die Ausscheidungen entlang der $\langle 111 \rangle$ -Richtung auf einer $\{112\}$ -Ebene geschnitten. Sie erscheinen auf den Gefügebildern drei- bzw. fünfeckig (Abb. 4.2b).

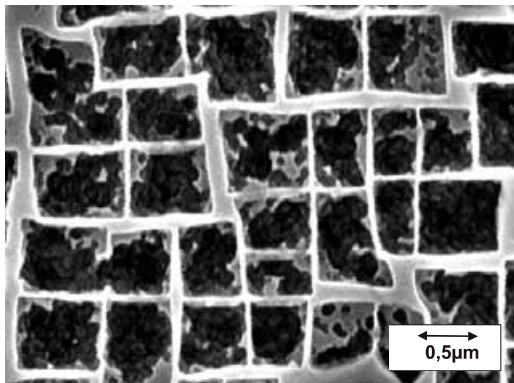


Abb. 4.2a: $\langle 001 \rangle$ -Orientierung

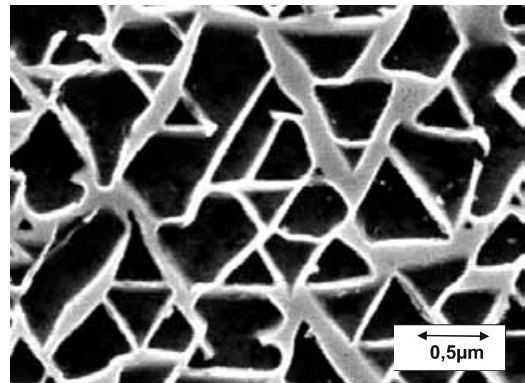


Abb. 4.2b: $\langle 111 \rangle$ -Orientierung

Abb. 4.2: Ausgangsgefüge in den in unterschiedlichen Richtungen erstarrten Proben (Längsschliff, parallel zur Erstarrungsrichtung)

In weiteren Gefügeuntersuchungen wurde überprüft, ob das Gefüge (γ' -Phasenanteil und Abmessungen der Ausscheidungen) in den in unterschiedlichen Richtungen erstarrten Proben gleich ist und die Ausscheidungen nur unterschiedlich orientiert sind. Außerdem dienen diese Meßwerte als Vergleichswerte für Gefügeveränderungen nach den Hochtemperaturversuchen. Der Volumenanteil der γ' -Phase wurde mit verschiedenen Methoden (Punktmessung und Linienschnittverfahren) gemessen und mit dem aus der Kantenlänge und dem Ausscheidungsabstand berechneten Wert für das Gesamtgefüge verglichen. Die Ergebnisse sind in Tab. 4.1 zusammengefaßt.

Bei Annahme einer regelmäßigen Würfelanordnung läßt sich aus der gemessenen Kantenlänge und dem Abstand der Ausscheidungen ein Gesamtvolumenanteil der γ' -Phase von 62 % berechnen. Die Messwerte des γ' -Phasenanteils stimmen für beide Erstarrungsrichtungen im Rahmen der Streuung überein und liegen durchschnittlich bei 67 %, also deutlich über dem berechneten Wert.

Orientierung	Anteil	
$\langle 001 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$	62 %	Volumenanteil
$\langle 001 \rangle$	$67 \pm 3 \%$	Punktanteil
$\langle 111 \rangle$	$65 \pm 3 \%$	Punktanteil
$\langle 001 \rangle$	$70 \pm 3 \%$	Linienanteil
$\langle 111 \rangle$	$64 \pm 2 \%$	Linienanteil

Tab. 4.1: Übersicht über den mit verschiedenen Methoden berechneten bzw. gemessenen γ' -Phasenanteil

Mit Gl. 3.3 wurde bei der $\langle 001 \rangle$ -orientierten Ausgangsprobe eine Grenzflächendichte von $8,4 \pm 0,3 \mu\text{m}^{-1}$ und bei der $\langle 111 \rangle$ -orientierten Ausgangsprobe eine Grenzflächendichte $8,5 \pm 0,3 \mu\text{m}^{-1}$ berechnet.

In Abb. 4.3 ist die Orientierungsabhängigkeit der gemessenen Sehnenlängen und des Abstandes der γ' -Ausscheidungen dargestellt. Die Meßwerte für die Abmessungen der Ausscheidungen (Abb. 4.3a) und ihren Abstand (Abb. 4.3b) unterscheiden sich bei den Proben verschiedener Orientierung. Die bei einer $\langle 001 \rangle$ -orientierten Probe gemessenen Werte unter 0° und 90° ($0,5 \pm 0,05 \mu\text{m}$ und $0,51 \pm 0,05 \mu\text{m}$) entsprechen den Kantenlängen der γ' -Würfel. Die kleineren Werte unter 45° und 135° entstehen durch eine Mittelung über alle Sehnenlängen parallel zur Diagonalen der Ausscheidungsquadrate und stimmen mit dem berechneten Wert von $0,35 \mu\text{m}$ überein.

In den Längsschliffen der in $\langle 111 \rangle$ -Orientierung erstarrten Proben wurden in alle Richtungen kleinere Werte der Ausscheidungsgrößen und größere Ausscheidungsabstände als in $\langle 001 \rangle$ -Orientierung gemessen, weil das Gefüge entlang der $\{112\}$ -Ebene der Ausscheidungen geschnitten wurde. Die gemessenen Werte für die Abmessungen der Ausscheidungen stimmen mit den berechneten Werten überein (Tab. 4.2). Die Gefüge der in $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung erstarrten Proben stimmen somit überein.

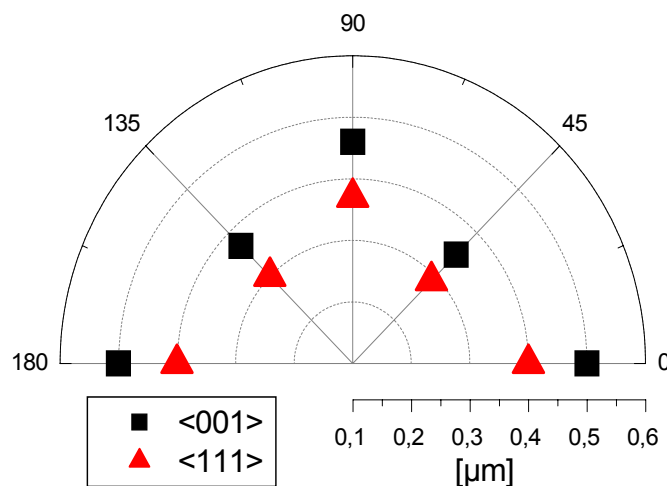


Abb. 4.3a: Sehnenlängen der γ' -Ausscheidungen

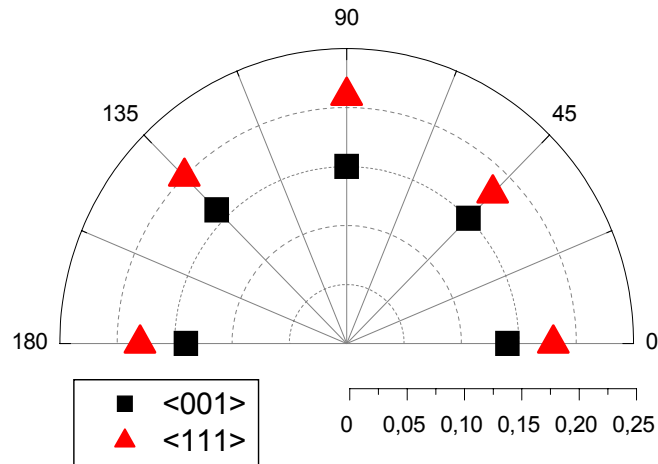


Abb. 4.3b: Abstand der γ' -Ausscheidungen

Abb. 4.3: Orientierungsabhängigkeit der mit Linearanalyse gemessenen Gefügeabmessungen im Ausgangsgefüge der in $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Richtung erstarrten Proben

		berechnet	gemessen
Ausscheidungen [μm]	0°	0,38	$0,37 \pm 0,3$
	90°	0,42	$0,40 \pm 0,3$
Abstand der Ausscheidungen [μm]	0°	0,20	$0,21 \pm 0,3$
	90°	0,26	$0,24 \pm 0,2$

Tab. 4.2: Gemessene und aus den Abmessungen der $\langle 001 \rangle$ -orientierten Ausgangsprobe berechnete Gefügeabmessungen in der $\langle 111 \rangle$ -orientierten Ausgangsprobe

4.2 Gefügeveränderung durch Wärmebehandlung

In Abb. 4.4 ist die Grenzflächendichte S_V gegen die Auslagerungszeit aufgetragen. Die Gefügevergrößerung ist erwartungsgemäß unabhängig von der Orientierung der Proben. Auffällig ist, dass bei der Wärmebehandlung bei 850° C bei beiden Orientierungen S_V zuerst bis zu einem Maximum nach etwa 45 h zunimmt. Nach etwa 120 h ist das Gefüge gröber als im Ausgangszustand.

Bei einer Wärmebehandlung von 950° C ist bis etwa 10 h keine Veränderung von S_V zu beobachten, danach vergrößert das Gefüge. S_V nimmt bei den bei 1050° C wärmebehandelten Proben zu Beginn stark ab ($t=0$: $S_V=8,5 \mu\text{m}^{-1}$; $t=1\text{h}$: $S_V=7 \mu\text{m}^{-1}$). Die Ursachen für dieses Verhalten werden in Kap. 4.6.1 diskutiert.

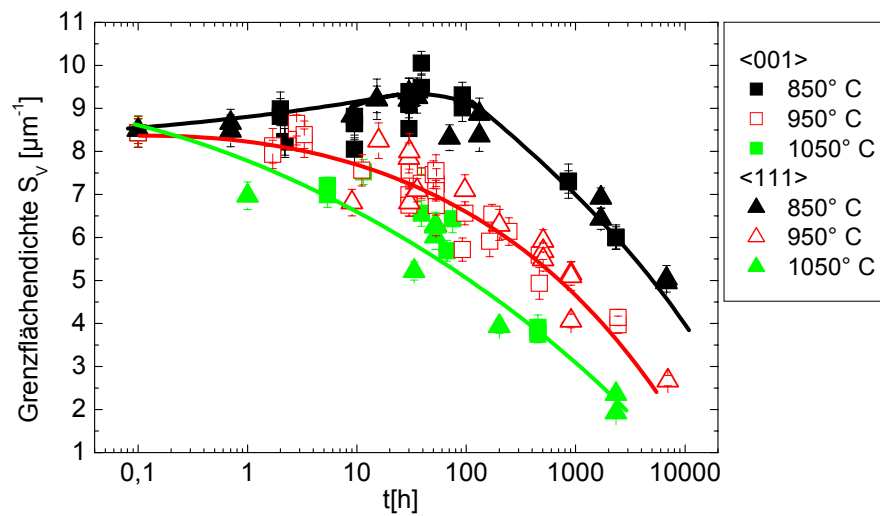
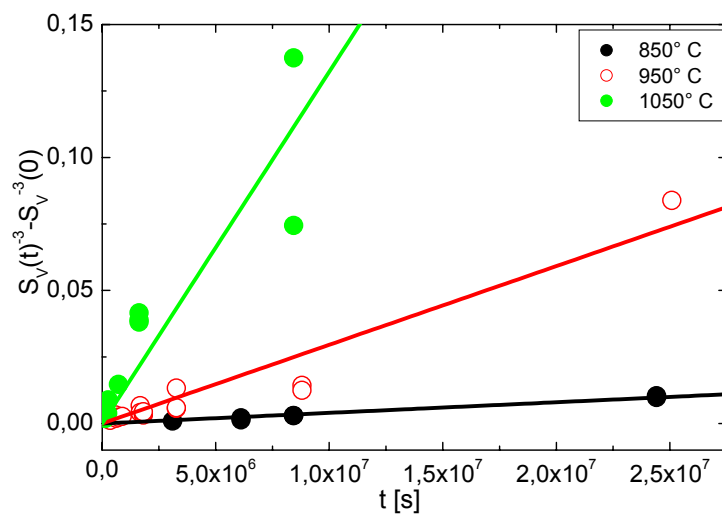


Abb. 4.4: Grenzflächendichte S_V in Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer bei 850, 950 und 1050 °C



$$S_V(t)^{-3} - S_V(0)^{-3} = kt$$

T [°C]	k [$\mu\text{m}^3\text{s}^{-1}$]
850	3,99E-10
950	2,97E-09
1050	1,32E-08

Abb. 4.5: Anpassung der S_V -t-Kurven mit der von McElhaney [McEl00] modifizierten LSW-Gleichung

Die Veränderung der Grenzflächendichte mit der Auslagerungsdauer bei verschiedenen Temperaturen wurde mit Gleichung 2.14, der nach McElhaney [McEl00] modifizierten

Gleichung nach Lifshitz-Slyozov-Wagner, angepaßt (Abb. 4.5). Da bei allen untersuchten Temperaturen im Bereich kleiner Wärmebehandlungsdauern starke Abweichungen vom linearen Verlauf bestehen, wurden nur die Werte bei längeren Auslagerungsdauern berücksichtigt (850° C: $t > 120$ h; 950° C: $t > 10$ h; 1050° C: $t > 2$ h).

Die Aktivierungsenergie für die Vergrößerung der Ausscheidungen kann mit Hilfe der Gl. 2.11 berechnet werden. Die Vergrößerungsrate k folgt der Temperaturabhängigkeit des Diffusionskoeffizienten D nach Arrhenius:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right). \quad (4.1)$$

Alle anderen Variablen in Gleichung 2.11 können als temperaturunabhängig angesehen werden. Daraus folgt:

$$k = C_5 \frac{\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)}{T} \quad \text{und} \quad \ln(kT) = \ln C_5 - \frac{Q}{R} \cdot \frac{1}{T} \quad (4.2)$$

Aus einer logarithmischen Auftragung von kT gegen T^{-1} (Abb. 4.6) kann die Aktivierungsenergie zu $Q=250 \text{ kJmol}^{-1}$ berechnet werden.

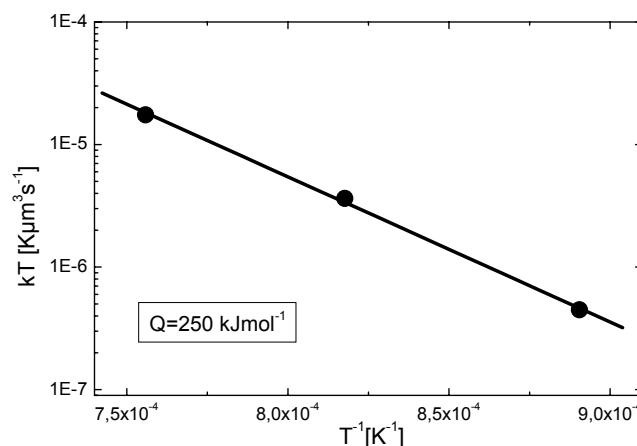


Abb. 4.6: Temperaturabhängigkeit der Vergrößerungskinetik der γ' -Ausscheidungen

Die Form der Ausscheidungen verändert sich mit der Wärmebehandlungsdauer zunächst von würfelförmig zu quaderförmig. Dabei wachsen die Ausscheidungen senkrecht zu den Grenzflächen, also in $\langle 100 \rangle$ -, $\langle 010 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Richtungen. Keine dieser Richtungen wird, über das gesamte Gefüge gemittelt, bevorzugt (Abb. 4.7). Bei einer längeren Auslagerungszeit bzw. bei höheren Temperaturen bilden sich Ausscheidungsplatten aus. Das wirkt sich bei den untersuchten Orientierungen so aus, dass bei $\langle 001 \rangle$ -Orientierung in den Schliften die Ausscheidungen rechteckig erscheinen (Abb. 4.7).

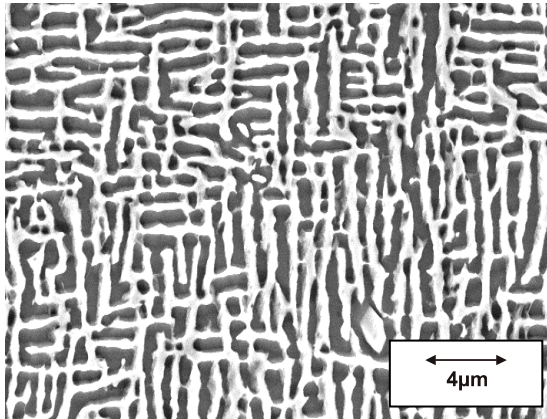


Abb. 4.7a: 1050° C, 452 h

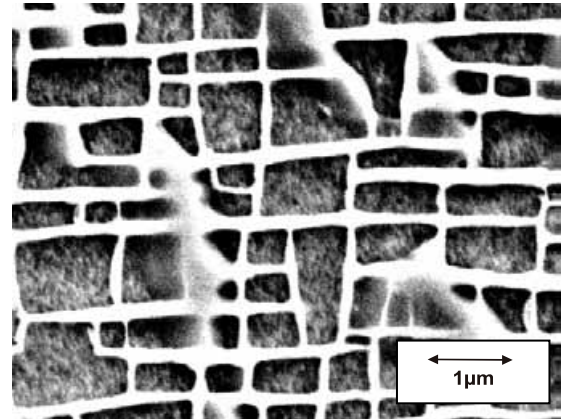


Abb. 4.7b: 950° C, 2444 h

Abb. 4.7: γ - γ' -Morphologie einer $\langle 001 \rangle$ -orientierten Probe nach der Wärmebehandlung

Auch bei den $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben wachsen die Ausscheidungen in $\langle 100 \rangle$ -, $\langle 010 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Richtungen und erscheinen daher in den Schliffen rautenförmig (Abb. 4.8a). Abb. 4.8b zeigt das plattenförmige Gefüge der $\langle 111 \rangle$ -Orientierung.

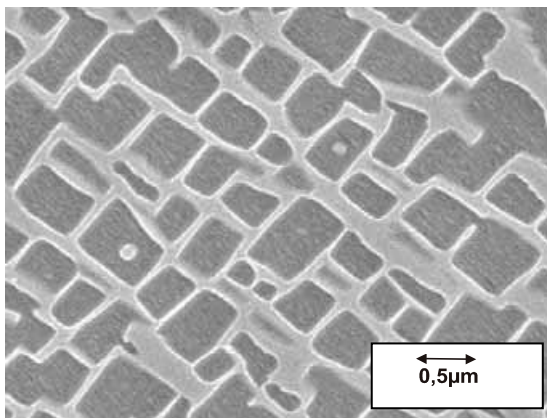


Abb.4.8a: GL-Schliff, 950 °C, 52,8 h

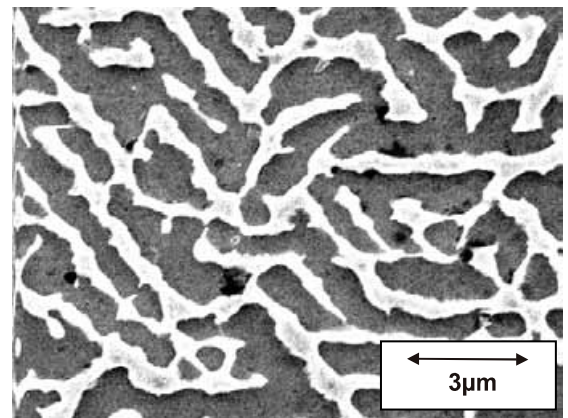


Abb. 4.8b: 1050 °C, 2343 h

Abb. 4.8: γ - γ' -Morphologie einer $\langle 111 \rangle$ -orientierten Probe nach der Wärmebehandlung

Eine höhere Wärmebehandlungstemperatur führt durch die thermisch aktivierte Diffusion zu einer schnelleren Zunahme der Ausscheidungsgröße, wie dies in Abb. 4.9a bei $\langle 001 \rangle$ -Orientierung für die Sehnenlänge in 0° -Richtung, d.h. parallel zur Kantenlänge der Ausscheidungsrechtecke, zu sehen ist. Ebenso nimmt mit steigender Temperatur der Abstand der Ausscheidungen zu, wie dies Abb. 4.10a bei $\langle 111 \rangle$ -Orientierung für den Abstand in 0° -Richtung zeigt.

Zu Beginn der Wärmebehandlung ist bei allen Temperaturen zunächst eine Abnahme der Ausscheidungsgröße festzustellen. Diese Abnahme ist am stärksten bei einer Wärmebehandlung bei 850° C (von 0,5 μm auf 0,35 μm) und am schwächsten bei einer Wärmebehandlung bei 950° C (von 0,5 μm auf 0,48 μm). Der Beginn der folgenden Vergrößerung der Ausscheidungen ist abhängig von der Wärmebehandlungstemperatur (850° C: 120 h, 950° C: 50 h; 1050° C: 10 h).

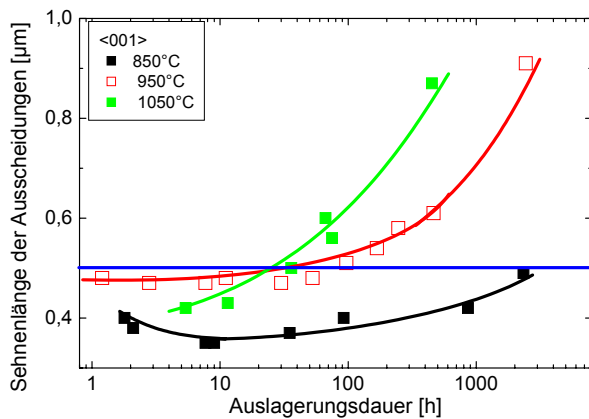


Abb. 4.9a: 0°, <001>, T=850-1050° C

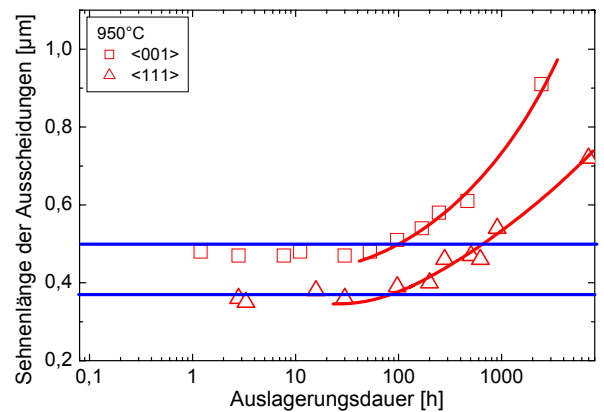


Abb. 4.9b: 0°, T=950° C, <001> und <111>

Abb. 4.9: Sehnenlänge der Ausscheidungen in Abhängigkeit der Wärmebehandlungsdauer und der Temperatur

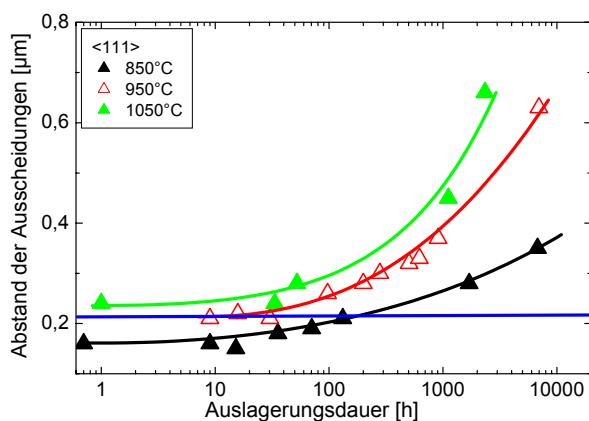


Abb. 4.10a: 0°, <111>, T=850-1050° C

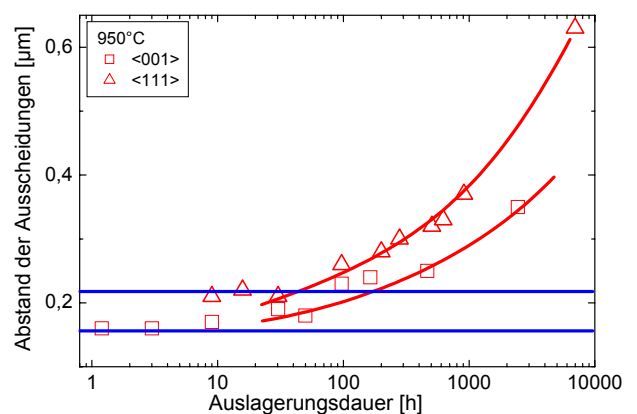


Abb. 4.10b: 0°, T=950° C, <001> und <111>

Abb. 4.10: Abstand der Ausscheidungen in Abhängigkeit der Wärmebehandlungsdauer

In Abb. 4.10a fällt auf, dass zu Beginn der Wärmebehandlung der Abstand zwischen den Ausscheidungen bei 850° C abnimmt, bei 1050° C zunimmt und bei 950° C konstant bleibt.

Wie aus der geometrischen Anordnung der Ausscheidungen berechnet werden kann, muss zwischen der gemessenen Ausscheidungsgröße in $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Orientierung bzw. zwischen dem gemessenen Ausscheidungsabstand $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung in 0° -Richtung immer der konstante Faktor 1,31 liegen. Dies konnte durch Messungen bestätigt werden (Abb. 4.9b, 4.10b). Die Gefüge der Proben sind nach der Wärmebehandlung gleich und lediglich im Schliff unterschiedlich ausgerichtet.

Zusätzlich zur Veränderung der Größe der einzelnen Gefügebestandteile können Aussagen zur Veränderung des Volumenanteiles der γ' -Phase aus diesen Messungen entnommen werden. So nimmt z.B. zu Beginn der Wärmebehandlung bei 1050°C der Abstand der Ausscheidungen zu und die Ausscheidungsgröße ab. Das bedeutet eine Abnahme des Volumenanteiles der γ' -Phase. Der Volumenanteil der γ' -Phase wurde, um diese Veränderungen zu quantifizieren, über Linearanalyse bestimmt (Abb. 4.11).

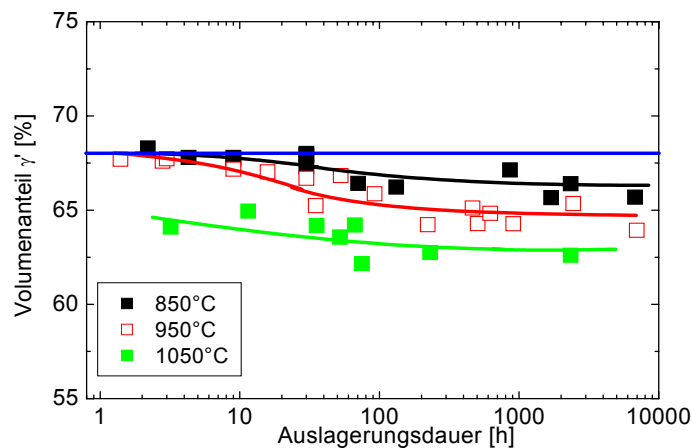


Abb. 4.11: Volumenanteil der γ' -Phase ermittelt aus den Sehnenlängen

Während bei 850°C und 950°C zu Beginn der Wärmebehandlung der Volumenanteil der γ' -Phase unverändert bleibt, ist bei 1050°C eine Abnahme von 68 % auf etwa 65 % zu beobachten. Bis zu einer Wärmebehandlungsdauer von ca. 100 h ist dann bei allen Wärmebehandlungstemperaturen eine Abnahme des Volumenanteils festzustellen. Nach 100 h stellt sich bei allen der Wärmebehandlungstemperaturen ein Gleichgewicht ein (850°C : 66,5 %; 950°C : 65 %; 1050°C : 63%).

4.3 Gefügeveränderung durch Hochtemperaturbelastung

Die Gefügeveränderung während der Hochtemperaturbelastung wurde aus verschiedenen Gründen untersucht. Zunächst soll die Anisotropieentstehung im Gefüge quantifiziert werden und festgestellt werden, ob die Unterschiede im mechanischen Verhalten der $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben auf unterschiedliche Gefügeausbildung zurückzuführen sind. Weiterhin werden anhand der Ergebnisse die in den Kapiteln 2.5 und 2.6 dargestellten theoretischen Vorstellungen diskutiert. So können z.B. aus den bevorzugten Wachstumsrichtungen der Ausscheidungen Aussagen zu den Spannungsfeldern um die Ausscheidungen gemacht werden. Die Gefügeentwicklung bei den Hochtemperaturversuchen und deren Charakterisierung werden in Kapitel 4.6 diskutiert.

4.3.1 Kriechversuche

Bei den Kriechversuchen an $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben ist zunächst eine Floßbildung der Ausscheidungen senkrecht zur Belastungsrichtung, also in $\langle 010 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Richtung, zu beobachten (Abb. 4.12). Bei längerer Belastung verändert sich die Orientierung der Ausscheidungen von senkrecht zur Belastungsrichtung hin zu einem Winkel von 45° zur Belastungsrichtung. Die Ausscheidungen wachsen nicht mehr entlang der $\langle 010 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Weiterhin fällt auf, dass eine Matrixinversion stattfindet, d.h. die vorherige Ausscheidungsphase (γ') wird zur neuen Matrixphase. Die Ausbildung des Gefüges ist abhängig von der Belastungstemperatur und der Dauer der Belastung.

Bei der bei 850° C belasteten Probe in Abb. 4.13a sind noch einzelne Ausscheidungen zu unterscheiden. Bei einer bei 950° C belasteten Probe (Abb. 4.12c) hat die Matrixinvertierung stattgefunden und einzelne Ausscheidungen haben ihren Winkel zur Belastungsachse verändert. Im Gefüge der bei 1050° C belasteten Probe (Abb. 4.13b) sind nahezu alle Ausscheidungen in einem Winkel von 45° zur Lasttrichtung ausgerichtet.

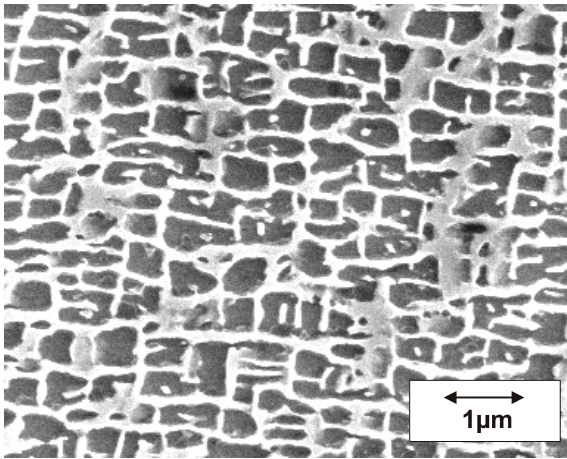


Abb. 4.12a: $t=50$ h

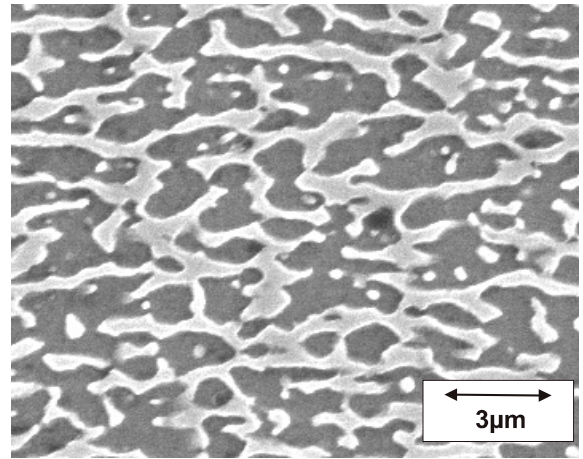


Abb. 4.12b: $t=97$ h

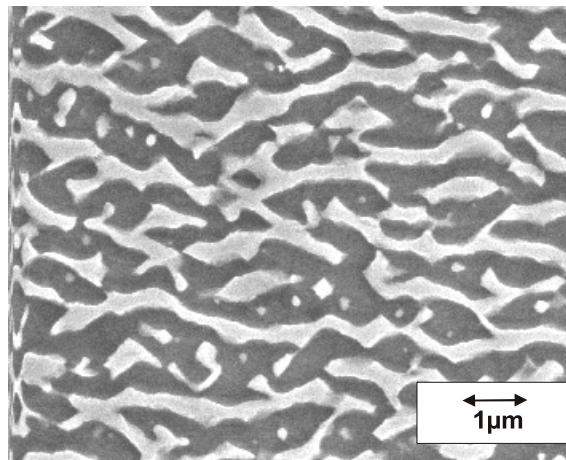


Abb. 4.12c: $t=172$ h

Abb. 4.12: γ - γ' -Morphologie $\langle 001 \rangle$ -orientierter Proben nach Kriechbelastung mit einer angelegten Spannung von 320 MPa, $T=950^\circ\text{C}$ (Längsschliff)

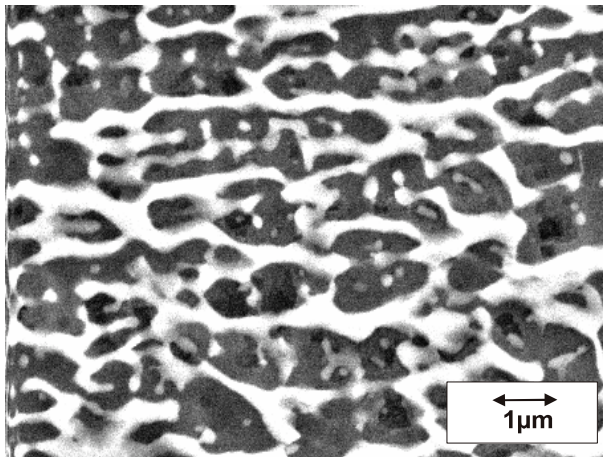


Abb. 4.13a: 850°C , 401 MPa, 2342 h

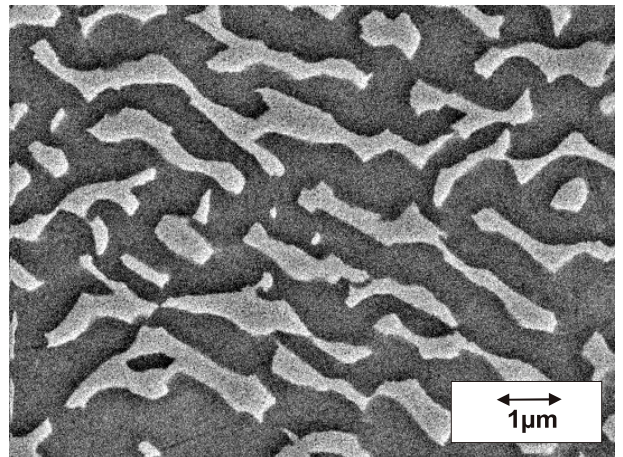


Abb. 4.13b: 1050°C , 140 MPa, 452 h

Abb. 4.13: γ - γ' -Morphologie $\langle 001 \rangle$ -orientierter Proben nach Kriechbelastung (Längsschliff)

In Abb. 4.14 ist das Gefüge nach einer Kriechbelastung (bei 850 °C) im Querschliff dargestellt. Es sind große zusammenhängende Bereiche der γ - und γ' -Phase zu erkennen. Das Gefüge ist unregelmäßig, einzelne Ausscheidungen können nicht mehr erkannt werden. In den γ' -Bereichen sind noch Reste der γ -Phase zu finden.

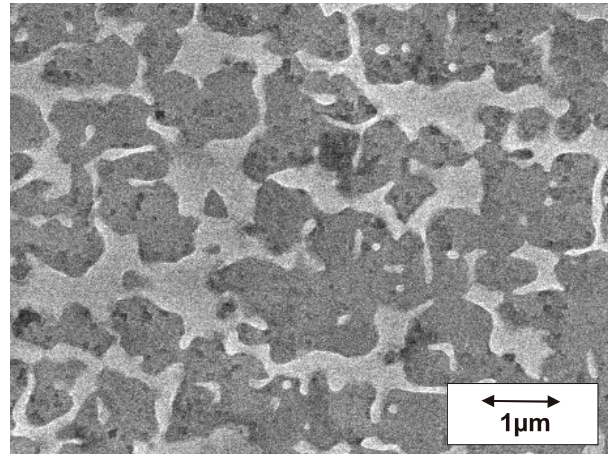


Abb. 4.14: γ - γ' -Gefüge im belasteten Teil einer $\langle 001 \rangle$ -orientierten Kriechprobe (Querschliff, 401 MPa, 2342 h, 850° C)

Bei den $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben wachsen aus den würfelförmigen Ausscheidungen Flöße in der $\langle 001 \rangle$, $\langle 010 \rangle$ und $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Das führt in den Schliffen zu einer Veränderung der Morphologie der Ausscheidungen zunächst von dreieckig zu rautenförmig, wie dies auch bei belastungsfreier Wärmebehandlung beobachtet wurde. Es bilden sich danach Flöße, die in einem Winkel von 45° zur Belastungsrichtung stehen und deren Seitenflächen entlang der $\{001\}$ -, $\{010\}$ - und $\{100\}$ -Ebenen ausgerichtet sind (Abb. 4.15).

Auch bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben ist die Ausbildung des Gefüges abhängig von der Belastungstemperatur und der Dauer der Belastung. Eine bei 850° C belastete Probe (Abb. 4.15a) zeigt Ausscheidungen, die teilweise rautenförmig vorliegen und teilweise unter 45° zur Belastungsrichtung zusammengewachsen sind. Die bei 950° C belasteten Proben zeigen ein ähnliches Gefüge (Abb. 4.15b). Das Gefüge der bei 1050° C belasteten Proben (Abb. 4.15c) ist stark vergrößert und unregelmäßig. Eine Matrixinversion hat stattgefunden. Im Querschliff entspricht das Gefüge der $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben (Abb. 4.16) dem der $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben.

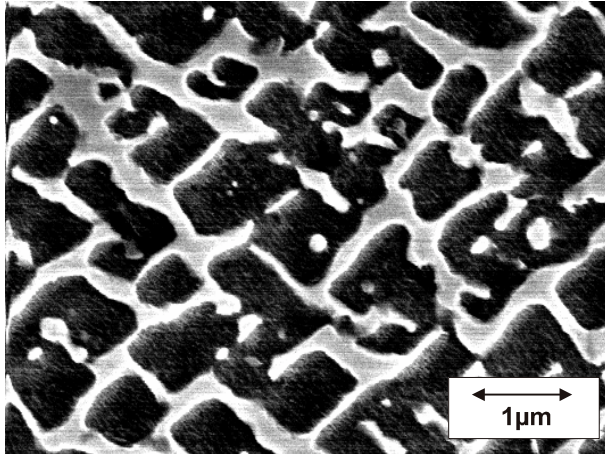


Abb. 4.15a: 850° C, 450 MPa, 1699 h

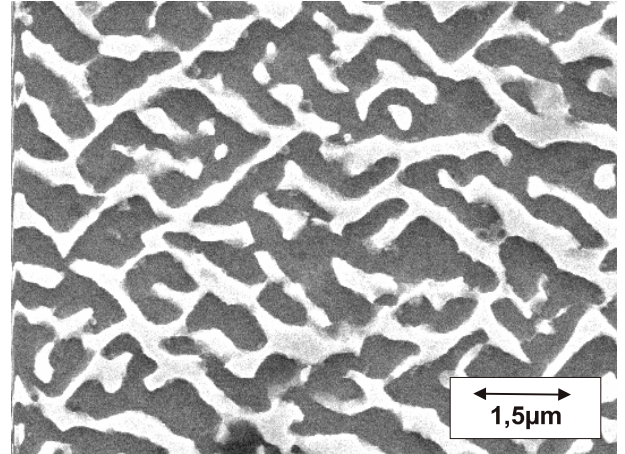


Abb. 4.15b: 950° C, 320 MPa, 505 h

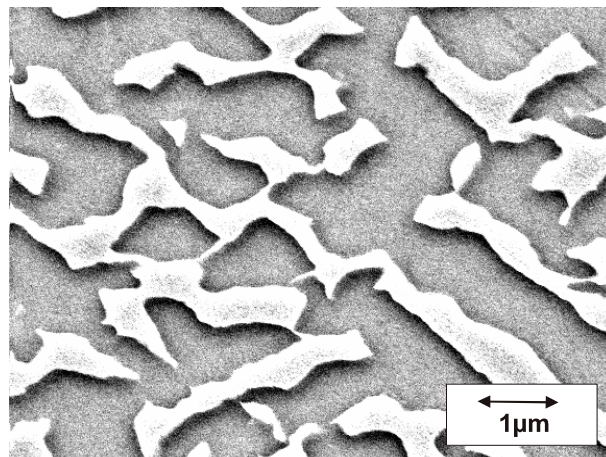


Abb. 4.15c: 1050° C, 128 MPa, 2343 h

Abb. 4.15: γ - γ' -Morphologie $\langle 111 \rangle$ -orientierter Proben nach Kriechbelastung (Längsschliff)

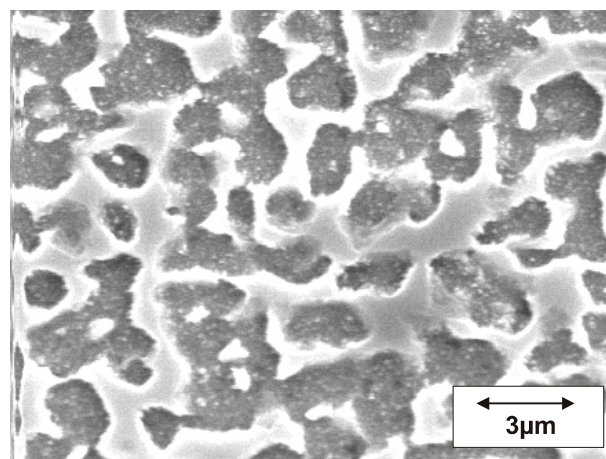


Abb. 4.16: γ - γ' -Gefüge im belasteten Teil einer Kriechprobe (Querschliff, $\langle 111 \rangle$, 320 MPa, 280 h, 950° C)

Das Kriechen der Proben beeinflusst nicht nur die Orientierung, sondern auch das Vergrößerungsverhalten der Ausscheidungen. Abbildung 4.17 stellt die Grenzflächendichte über die Länge der Probe in Lastrichtung dar. Die Probe ist hier auf die Länge bis zur Bruchfläche normiert. Im mechanisch belasteten Teil der Probe ist S_V konstant. Das bedeutet, dass S_V nicht von den lokal unterschiedlichen Dehnungen abhängig ist. Im Bereich des Gewindes (also im mechanisch nicht belasteten Teil der Probe, gestrichelte Linie) wird eine höhere Grenzflächendichte gemessen. Eine Differenz zwischen S_V im Gewinde und im mechanisch belasteten Teil wurde bei allen Kriechversuchen beobachtet (Abb. 4.18).

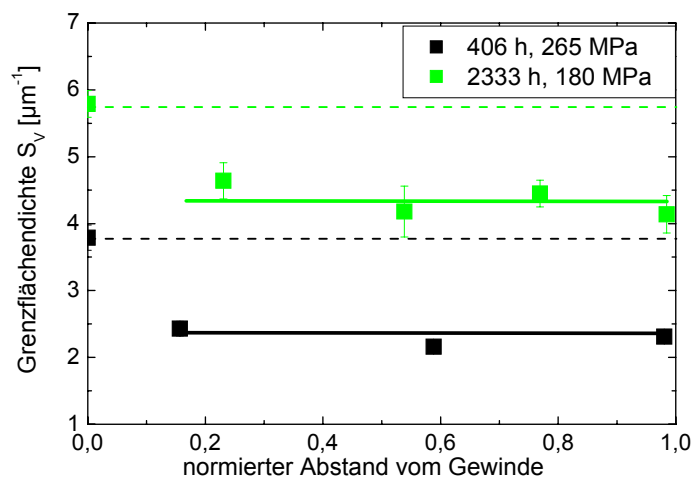


Abb. 4.17: Grenzflächendichte in zwei Kriechproben über die Länge eines Bruchstückes vom Gewinde bis zur Bruchfläche ($\langle 001 \rangle$, 950°C)

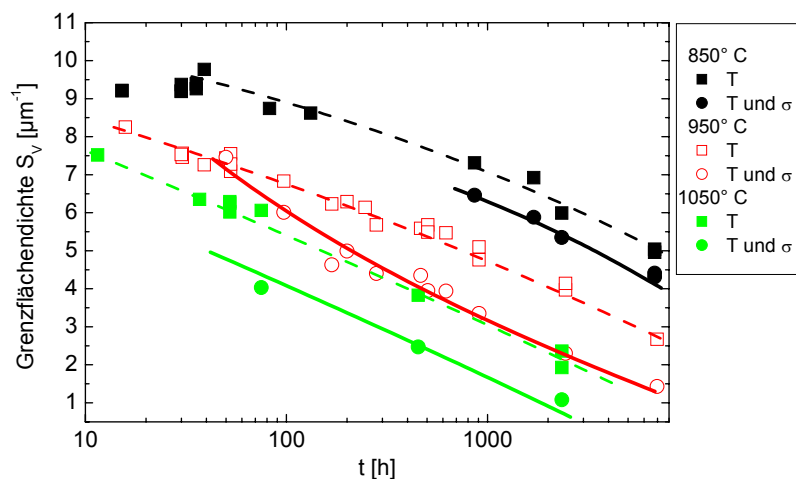


Abb. 4.18: Änderung der Grenzflächendichte nach belastungsfreier Wärmebehandlung und nach Kriechversuchen

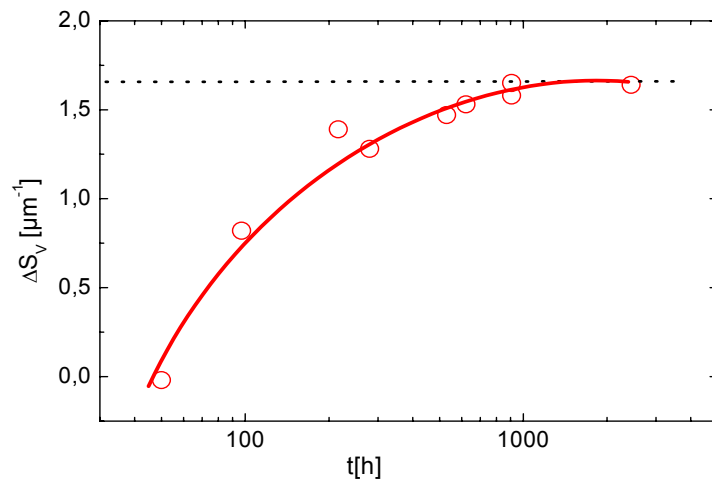


Abb. 4.19: Grenzflächendichtedifferenz ΔS_V zwischen bei 950° C wärmebehandelten Proben und Kriechproben bei verschiedenen angelegten Spannungen in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungsdauer

Die Differenz ΔS_V zwischen der Grenzflächendichte der wärmebehandelten Proben und der Kriechproben ist abhängig von der Belastungstemperatur und der Belastungsdauer. Nach einer bestimmten Belastungsdauer wird ΔS_V konstant (Abb. 4.19). Diese Differenz beträgt bei 850° C etwa $0,8 \mu\text{m}^{-1}$, bei 950° C und bei 1050° C etwa $1,6 \mu\text{m}^{-1}$ (Abb. 4.18). Eine Abhängigkeit von ΔS_V vom Betrag der bei den Kriechversuchen angelegten Spannung konnte nicht festgestellt werden.

Die Veränderungen der Gefügeabmessungen bei den Kriechversuchen (L: Schliff entlang der Probenachse der bei hoher Temperatur mechanisch belasteten Proben) im Vergleich zu den Gefügeabmessungen nach der Wärmebehandlung (GL: Schliff entlang der Probenachse durch das Gewinde der Proben, also nur wärmebehandelt) sind in Tab. 4.3 zusammengefaßt. Wie nach Abb. 4.12 und Abb. 4.13 zu erwarten war, wachsen die Ausscheidungen bei den <001>-orientierten Kriechproben am stärksten in 0°-Richtung (d.h. in <010>- und <100>-Richtung). Auch die Zunahme des Abstandes der Ausscheidungen ist in dieser Richtung maximal. In der 45°-Richtung nehmen bei den <001>-orientierten Kriechproben der Abstand der Ausscheidungen und deren Durchmesser kontinuierlich stärker als bei den wärmebehandelten Proben zu. Unter 90°, also in Lastrichtung, muss beim Vergleich des Wachstums der Ausscheidungen zwischen den unterschiedlichen Kriechtemperaturen differenziert werden. Bei den Versuchen bei 850° C ist der Ausscheidungsdurchmesser immer kleiner, bei 1050° C immer größer als bei den wärmebehandelten Proben. Bei 950° C ist der Ausscheidungsdurchmesser zunächst kleiner, ab ca. 170 h dann größer als bei den wärmebehandelten Proben. Der Abstand der

Ausscheidungen ist unter 90° bei den Kriechproben immer größer als bei den wärmebehandelten Proben.

	t [h]	Durchmesser der Ausscheidungen [µm]				
		mechanisch belastete Proben (L), Kriechversuche			Wärmebehandlung (GL)	
		0°	90°	45°	0°, 90°	45°
	0				0,49	0,36
850° C	862	0,5	0,29	0,39	0,42	0,38
	2342	0,67	0,4	0,59	0,49	0,5
950° C	50	0,59	0,33	0,37	0,48	0,38
	97	0,72	0,39	0,52	0,51	0,53
	164	1,06	0,52	0,62	0,54	0,58
	172	0,78	0,63	0,68	0,61	0,47
	465	1,06	0,69	0,82	0,61	0,61
	2444	2,2	1,43	1,64	0,91	0,71
1050° C	75	1,45	0,68	0,91	0,56	0,49
	452	3,08	1,32	1,65	0,87	0,82

Tab. 4.3a: Durchmesser der Ausscheidungen, <001>-Orientierung

	t [h]	Abstand der Ausscheidungen [µm]				
		mechanisch belastete Proben (L), Kriechversuche			Wärmebehandlung (GL)	
		0°	90°	45°	0°, 90°	45°
	0				0,15	0,16
850° C	862	0,41	0,33	0,26	0,29	0,23
	2342	0,46	0,37	0,26	0,31	0,24
950° C	50	0,25	0,17	0,26	0,18	0,21
	97	0,38	0,25	0,28	0,23	0,22
	164	0,44	0,24	0,29	0,24	0,28
	172	0,4	0,24	0,29	0,23	0,27
	465	0,58	0,3	0,38	0,25	0,32
	2444	0,76	0,39	0,57	0,35	0,34
1050° C	75	0,8	0,35	0,44	0,28	0,26
	452	1,02	0,49	0,75	0,34	0,47

Tab. 4.3b: Abstand der Ausscheidungen, <001>-Orientierung

	t [h]	Durchmesser der Ausscheidungen [µm]					
		mechanisch belastete Proben (L), Kriechversuche			Wärmebehandlung (GL)		
		0°	90°	45°	0°	90°	45°
	0				0,37	0,4	0,3
850° C	1699	0,5	0,47	0,57	0,42	0,44	0,45
	6782	0,65	0,6	0,78	0,66	0,6	0,55
950° C	97	0,49	0,38	0,53	0,39	0,4	0,43
	200	0,64	0,47	0,71	0,4	0,44	0,59
	280	0,89	0,55	0,83	0,46	0,49	0,58
	505	0,75	0,57	0,87	0,47	0,49	0,51
	622	0,96	0,59	0,93	0,46	0,54	0,47
	908	1,24	0,8	1,16	0,54	0,56	0,62
	6968	2,04	1,19	2,37	0,72	1,14	1,79
1050° C	1117	2,43	1,47	2,89	0,72	0,98	1,05
	2343	3,19	2,23	3,79	0,92	1,24	1,46

Tab. 4.3c: Durchmesser der Ausscheidungen, <111>-Orientierung

	t [h]	Abstand der Ausscheidungen [µm]					
		mechanisch belastete Proben (L), Kriechversuche			Wärmebehandlung (GL)		
		0°	90°	45°	0°	90°	45°
	0				0,21	0,24	0,19
850° C	1699	0,3	0,22	0,24	0,24	0,28	0,21
	6782	0,38	0,34	0,39	0,31	0,36	0,34
950° C	97	0,29	0,22	0,2	0,24	0,26	0,26
	200	0,33	0,25	0,28	0,28	0,28	0,29
	280	0,36	0,28	0,28	0,3	0,27	0,28
	505	0,47	0,33	0,35	0,32	0,28	0,29
	622	0,45	0,31	0,36	0,33	0,3	0,35
	908	0,53	0,29	0,38	0,37	0,33	0,29
	6968	1,36	0,77	1,09	0,63	0,69	0,84
1050° C	1117	0,89	0,71	0,81	0,47	0,39	0,45
	2343	1,55	1,08	1,35	0,66	0,58	0,67

Tab. 4.3d: Abstand der Ausscheidungen, <111>-Orientierung

Tab. 4.3: Gefügeabmessungen (Durchmesser und Abstand der Ausscheidungen) nach mechanischer Belastung (L) durch Kriechversuche und nach der Wärmebehandlung (GL)

Bei den $\langle 111 \rangle$ -orientierten Kriechproben nimmt der Abstand der Ausscheidungen in allen Richtungen kontinuierlich stärker zu als bei den wärmebehandelten Proben (Tab. 4.3d). Am stärksten ist die Zunahme in 0° -Richtung, am schwächsten in der 90° -Richtung ausgeprägt. Die Ausscheidungen wachsen unter 45° -Richtung maximal, unter 90° minimal (Tab. 4.3c). Wenn die Gefügeausprägung wie bei den wärmebehandelten Proben auch bei den Kriechversuchen der $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung gleich sein soll, so muß das Gefüge der $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben aus dem der $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben berechnet werden können. Für Kriechversuche bei 850° C ist die Abschätzung in Tab. 4.4 zusammengefaßt.

Kriechversuche bei 850° C		$\langle 001 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	
		gemessen	berechnet	gemessen
Durchmesser der Ausscheidungen	0°	++	+	++
	90°	-	-	+
	45°	+	+	++
Abstand der Ausscheidungen	0°	++	+	++
	90°	+	+	+
	45°	+	++	++

Tab. 4.4: Veränderung des Gefüges bei $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -orientierten Kriechproben in verschiedenen Richtungen bei 850° C
(++: starkes Wachstum; +: leichtes Wachstum; -: Abnahme)

Aus den Veränderungen des Gefüges kann geschlossen werden, dass die Veränderung der Gefügeabmessungen bei Kriechversuchen nicht wie bei den wärmebehandelten Proben in beiden Orientierungen gleich ist. Außerdem wachsen die Ausscheidungen bei $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben nur entlang der $\langle 010 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Richtung, während sie bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben entlang der $\langle 001 \rangle$ -, $\langle 010 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Richtung wachsen. Weiterhin ist bei den $\langle 001 \rangle$ -Kriechproben bei längerer Belastung bzw. höherer Temperatur ein Abknicken der Ausscheidungen festzustellen, d.h. die Ausscheidungen werden nicht mehr durch $\{001\}$ -Ebenen begrenzt, wie dies bei den $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben weiterhin der Fall ist. Eine Diskussion dieses Verhaltens und dessen Einfluß auf die Festigkeitseigenschaften erfolgt in Kap. 4.6.

4.3.2 Zyklische Versuche

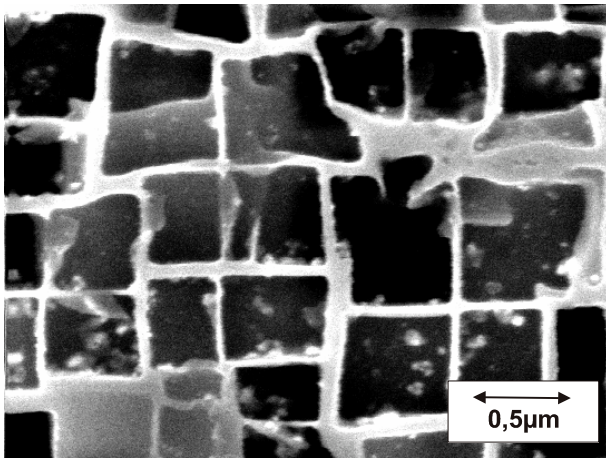


Abb. 4.20a: $\langle 001 \rangle$, $T=850^{\circ}\text{C}$, $N=12$, $t=92,4\text{ h}$, Dehnrate: 10^{-6} s^{-1} , $\Delta\epsilon=1,4\%$

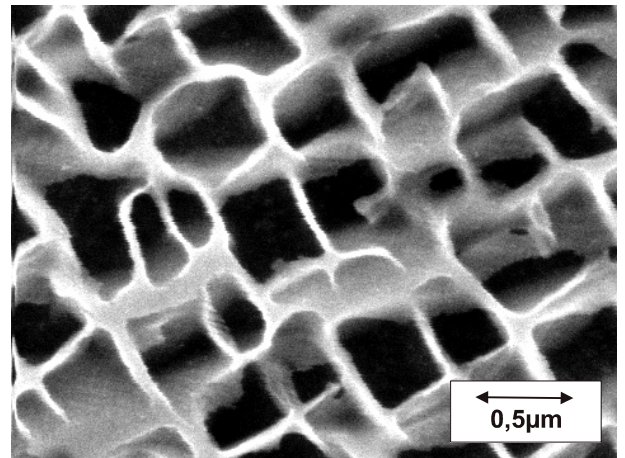


Abb. 4.20b: $\langle 111 \rangle$, $T=850^{\circ}\text{C}$, $N=16$, $t=70,4\text{ h}$, Dehnrate: 10^{-6} s^{-1} , $\Delta\epsilon=0,8\%$

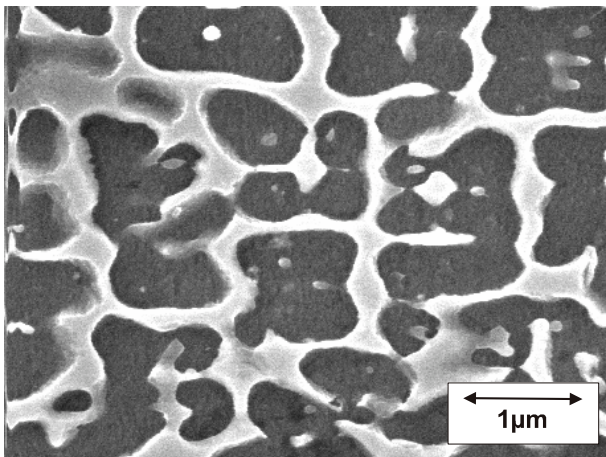


Abb. 4.20c: $\langle 001 \rangle$, $T=950^{\circ}\text{C}$, $N=12$, $t=92,4\text{ h}$, Dehnrate: 10^{-6} s^{-1} , $\Delta\epsilon=1,4\%$

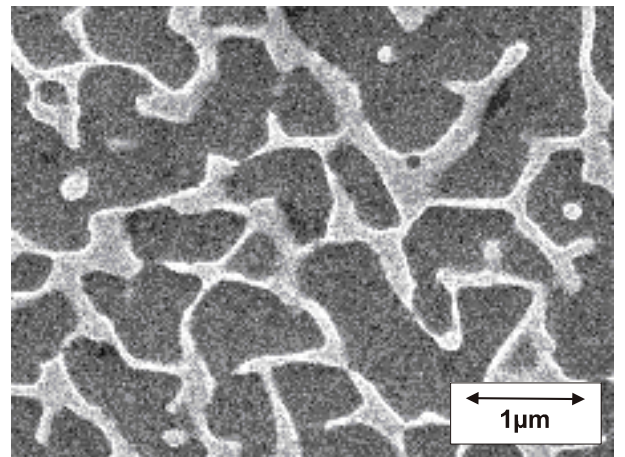


Abb. 4.20d: $\langle 111 \rangle$, $T=950^{\circ}\text{C}$, $N=12$, $t=52,8\text{ h}$, Dehnrate: 10^{-6} s^{-1} , $\Delta\epsilon=0,8\%$

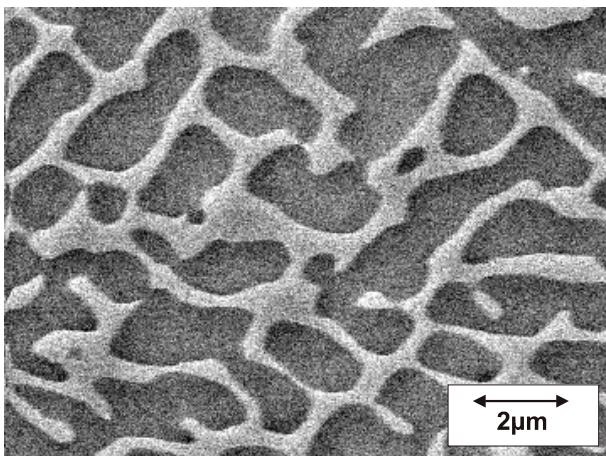


Abb. 4.20e: $\langle 001 \rangle$, $T=1050^{\circ}\text{C}$, $N=10$, $t=66,7\text{ h}$, Dehnrate: 10^{-6} s^{-1} , $\Delta\epsilon=1,2\%$

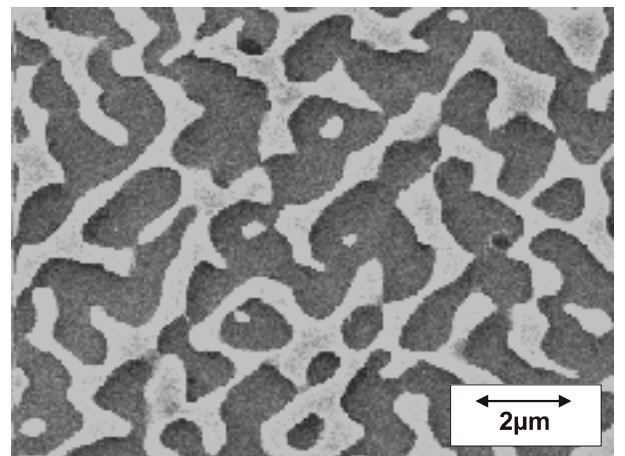


Abb. 4.20f: $\langle 111 \rangle$, $T=1050^{\circ}\text{C}$, $N=10$, $t=33,4\text{ h}$, Dehnrate: 10^{-6} s^{-1} , $\Delta\epsilon=0,6\%$

Abb. 4.20: Gefüge der zyklischen Versuche bei geringer Zyklenzahl (<20 Zyklen)

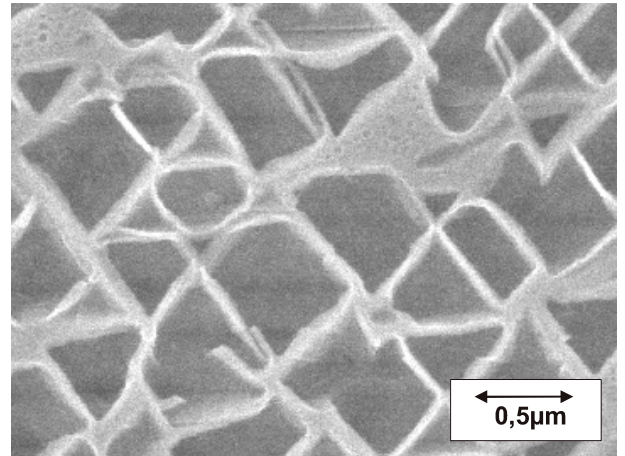
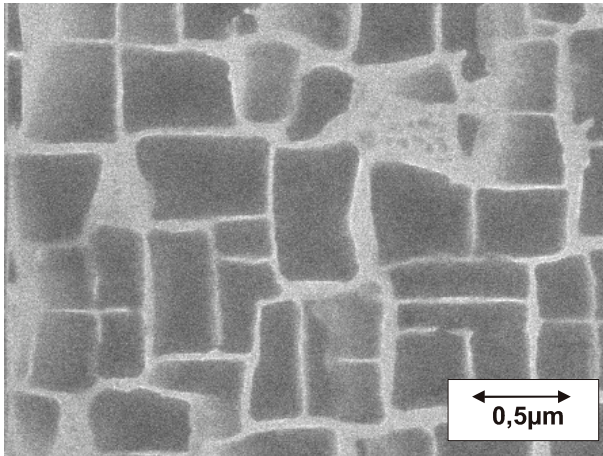


Abb. 4.21a: $\langle 001 \rangle$, $T=850^\circ \text{ C}$, $N=170$, $t=2 \text{ h}$, Dehnrate: 10^{-3} s^{-1} , $\Delta\epsilon=2,1 \%$

Abb. 4.21b: $\langle 111 \rangle$, $T=850^\circ \text{ C}$, $N=155$, $t=0,7 \text{ h}$, Dehnrate: 10^{-3} s^{-1} , $\Delta\epsilon=0,8 \%$

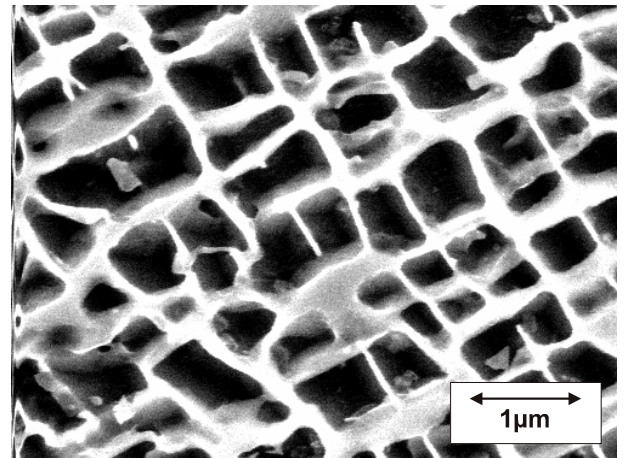
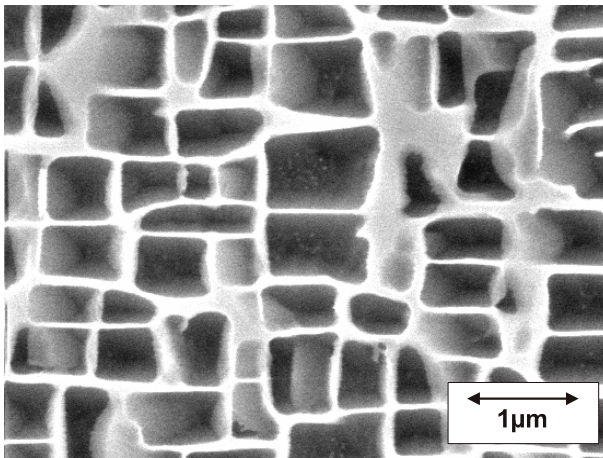


Abb. 4.21c: $\langle 001 \rangle$, $T=950^\circ \text{ C}$, $N=150$, $t=1,7 \text{ h}$, Dehnrate: 10^{-3} s^{-1} , $\Delta\epsilon=0,6 \%$

Abb. 4.21d: $\langle 111 \rangle$, $T=950^\circ \text{ C}$, $N=123$, $t=15,8 \text{ h}$, Dehnrate: $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\Delta\epsilon=0,4 \%$

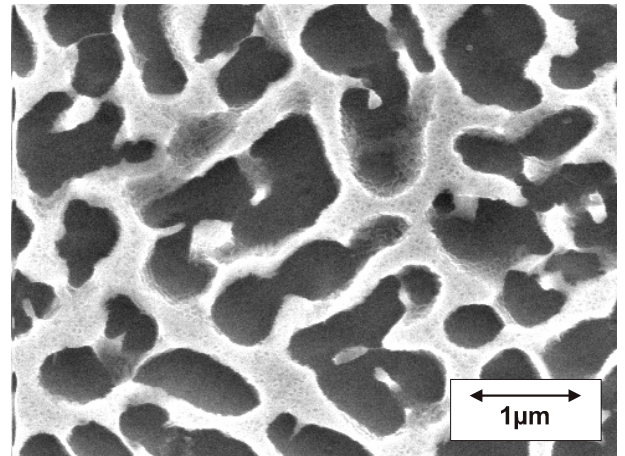
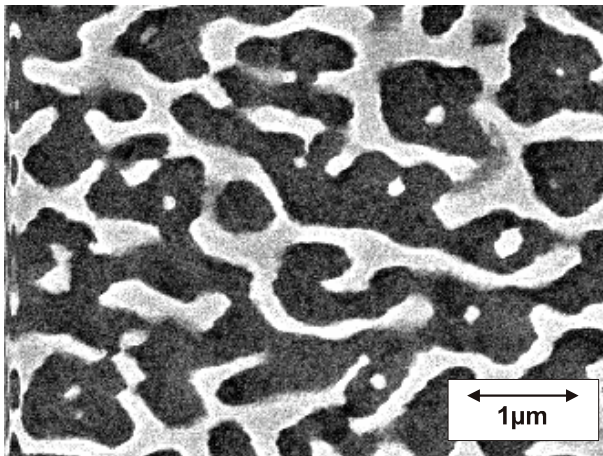


Abb. 4.21e: $\langle 001 \rangle$, $T=1050^\circ \text{ C}$, $N=973$, $t=5,4 \text{ h}$, Dehnrate: 10^{-3} s^{-1} , $\Delta\epsilon=1 \%$

Abb. 4.21f: $\langle 111 \rangle$, $T=1050^\circ \text{ C}$, $N=1085$, $t=2,1 \text{ h}$, Dehnrate: 10^{-3} s^{-1} , $\Delta\epsilon=0,7 \%$

Abb. 4.21: Gefüge der zyklischen Versuche bei hoher Zyklenzahl (>120 Zyklen)

Die Gefügeveränderung der mit nur geringer Zyklenzahl und kleiner Dehnrate belasteten Proben ist stark temperaturabhängig. Bei den $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben runden sich die Ecken der Ausscheidungen ab (Abb. 4.20a, c, e). Diese Abrundung ist bei den bei 850°C belasteten Proben weniger stark als bei den bei 950°C belasteten Proben. Die bei 1050°C belasteten Proben zeigen ein unregelmäßiges Gefüge mit in einem Winkel von 45° zur Belastungsrichtung orientierten Ausscheidungen.

Das Gefüge der $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben hat sich bei mit 850°C belasteten Proben kaum verändert, lediglich die Ecken der Ausscheidungen wurden leicht abgerundet. Bei Temperaturen von 950°C wachsen die Ausscheidungen zusammen, so dass sie in den Schliffen wieder rautenförmig aussehen. Das Gefüge der bei 1050°C belasteten $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben mit kleiner Zyklenzahl entspricht dem bei dieser Temperatur belasteter $\langle 001 \rangle$ -orientierter Proben (Abb. 4.20b, d, f).

Die mit größerer Zyklenzahl und größerer Dehnrate (und damit mit einer kleineren Belastungsdauer) belasteten Proben zeigen bei 850°C und 950°C keine Unterschiede zu dem Gefüge nach einer Wärmebehandlung (Abb. 4.21a-d). Bei 1050°C entsteht ein unregelmäßiges Gefüge mit abgerundeten Kanten, das in $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Orientierung ähnlich ist (Abb. 4.21e, f). Im Gegensatz zu den Kriechversuchen findet bei allen zyklischen Versuchen keine Matrixinvertierung statt.

Die Vergrößerung wird auch bei den zyklischen Versuchen durch die mechanische Belastung gefördert (Abb. 4.22). Je höher die Temperatur ist, desto größer ist der Unterschied zwischen S_V bei wärmebehandelten und zusätzlich zyklisch verformten Proben. Während bei 850°C kein signifikanter Unterschied zu erkennen ist, ist der Unterschied bei 1050°C maximal. Eine konstante Grenzflächendifferenz wie bei den Kriechversuchen konnte bei den zyklischen Versuchen nicht festgestellt werden.

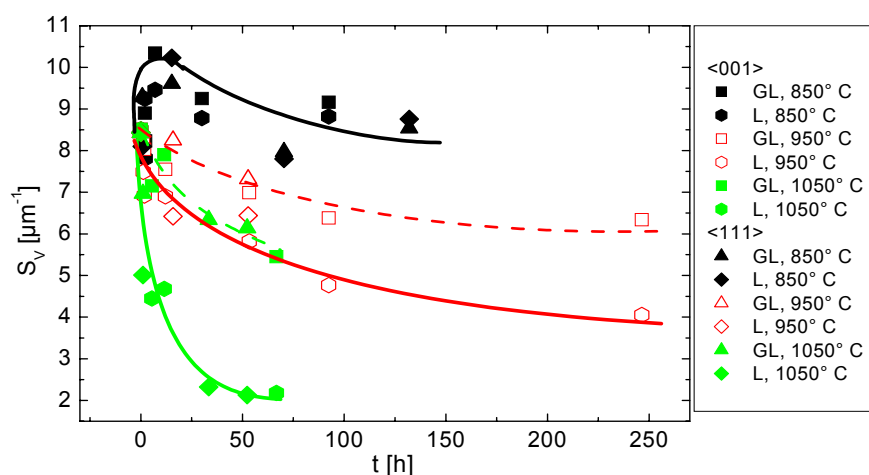


Abb. 4.22: Grenzflächendichte S_V im Gewinde (GL) und im Längsschliff (L) bei zyklisch belasteten Proben in Abhängigkeit von der Belastungsdauer

	t [h]	Durchmesser der Ausscheidungen [µm]				
		mechanisch belastete Proben (L), zyklische Versuche			Wärmebehandlung (GL)	
		0°	90°	45°	0°, 90°	45°
	0				0,49	0,36
850° C	2	0,38	0,39	0,36	0,38	0,34
	2,2	0,38	0,37	0,35	0,36	0,32
	7	0,36	0,37	0,32	0,35	0,3
	30	0,4	0,41	0,38	0,42	0,36
	92,4	0,36	0,35	0,33	0,4	0,36
950° C	1,2	0,48	0,49	0,39	0,48	0,36
	12,1	0,52	0,53	0,48	0,48	0,38
	53,3	0,59	0,56	0,49	0,48	0,42
	92,4	0,66	0,51	0,62	0,51	0,47
	246,4	0,71	0,52	0,67	0,58	0,48
1050° C	5,4	0,65	0,56	0,63	0,42	0,39
	11,5	0,7	0,65	0,58	0,43	0,38
	66,7	1,49	0,96	1,41	0,6	0,5

Tab. 4.5a: Durchmesser der Ausscheidungen, <001>-Orientierung

	t [h]	Abstand der Ausscheidungen [µm]				
		mechanisch belastete Proben (L), zyklische Versuche			Wärmebehandlung (GL)	
		0°	90°	45°	0°, 90°	45°
	0				0,15	0,16
850° C	2	0,16	0,21	0,18	0,18	0,17
	2,2	0,21	0,19	0,17	0,16	0,15
	7	0,17	0,17	0,16	0,16	0,16
	30	0,2	0,21	0,18	0,21	0,18
	92,4	0,19	0,19	0,18	0,2	0,17
950° C	1,2	0,23	0,21	0,22	0,17	0,2
	12,1	0,27	0,25	0,26	0,19	0,2
	53,3	0,34	0,25	0,25	0,23	0,2
	92,4	0,4	0,26	0,35	0,24	0,26
	246,4	0,47	0,37	0,39	0,29	0,27
1050° C	5,4	0,36	0,38	0,36	0,24	0,22
	11,5	0,45	0,51	0,49	0,24	0,21
	66,7	0,84	0,75	0,76	0,27	0,24

Tab. 4.5b: Abstand der Ausscheidungen, <001>-Orientierung

	t [h]	Durchmesser der Ausscheidungen [µm]					
		mechanisch belastete Proben (L), zyklische Versuche			Wärmebehandlung (GL)		
		0°	90°	45°	0°	90°	45°
	0				0,35	0,31	0,28
850° C	0,7	0,37	0,34	0,34	0,33	0,34	0,34
	15,2	0,32	0,33	0,33	0,32	0,32	0,32
	70,4	0,35	0,33	0,33	0,35	0,35	0,34
	132	0,38	0,36	0,38	0,37	0,37	0,34
950° C	15,8	0,32	0,33	0,33	0,33	0,33	0,34
	52,8	0,6	0,42	0,51	0,44	0,4	0,42
1050° C	1	0,43	0,35	0,33	0,32	0,29	0,25
	33,4	0,91	0,72	1,05	0,34	0,32	0,36
	52,3	1,28	1,15	1,35	0,41	0,37	0,39

Tab. 4.5c: Durchmesser der Ausscheidungen, <111>-Orientierung

	t [h]	Abstand der Ausscheidungen [µm]					
		mechanisch belastete Proben (L), zyklische Versuche			Wärmebehandlung (GL)		
		0°	90°	45°	0°	90°	45°
	0				0,21	0,18	0,2
850° C	0,7	0,21	0,21	0,19	0,16	0,17	0,14
	15,2	0,16	0,15	0,15	0,15	0,13	0,14
	70,4	0,19	0,18	0,18	0,19	0,2	0,2
	132	0,21	0,18	0,16	0,21	0,2	0,17
950° C	15,8	0,23	0,24	0,23	0,22	0,21	0,2
	52,8	0,27	0,27	0,27	0,21	0,19	0,18
1050° C	1	0,48	0,36	0,36	0,24	0,19	0,19
	33,4	0,74	0,72	0,57	0,24	0,22	0,22
	52,3	0,86	0,88	0,89	0,28	0,24	0,31

Tab. 4.5d: Abstand der Ausscheidungen, <111>-Orientierung

Tab. 4.5: Gefügeabmessungen (Durchmesser und Abstand der Ausscheidungen) nach mechanischer Belastung (L) durch zyklische Versuche und nach der Wärmebehandlung (GL)

In Tab. 4.5 ist die Veränderung des Durchmessers und Abstandes der Ausscheidungen bei zyklischen Versuchen für die 0°-, 90°- und 45°-Richtung dargestellt. Der Durchmesser der Ausscheidungen bei einer Temperatur von 850° C zeigt im Vergleich zu den wärmebehandelten Proben keinen Unterschied, bei 950° C ist ein geringes und bei 1050° C ein starkes Wachstum der Ausscheidungen in alle gemessenen Richtungen zu beobachten. Signifikante Unterschiede zwischen den <001>- und <111>-orientierten Proben bestehen

nicht. Die Veränderung der Ausscheidungsgröße ist bei beiden Orientierungen in 45°- und 0°-Richtung etwa gleich stark und in 90°-Richtung schwächer ausgeprägt.

Die Veränderung des Ausscheidungsabstands ist in allen Richtungen etwa gleich groß. Wie bei der Veränderung des Ausscheidungsdurchmessers ist im Vergleich zu den wärmebehandelten Proben bei einer Temperatur von 850° C kein Unterschied, bei 950° C ein geringes und bei 1050° C ein stärkeres Wachstum in alle gemessenen Richtungen zu erkennen. Die Veränderung des Ausscheidungsabstandes ist bei beiden Orientierungen und in alle gemessenen Richtungen etwa gleich groß.

Wie bei den Kriechversuchen stellt sich auch bei den zyklisch belasteten Proben die Frage, ob das Gefüge der unterschiedlich orientierten Proben nach den zyklischen Versuchen gleich ist. Bei 850° C konnten keine signifikanten Unterschiede bei den Gefügeabmessungen zwischen den rein wärmebehandelten und den zyklisch belasteten Proben festgestellt werden. Lediglich ein leichtes Abrunden der Ausscheidungsecken konnte festgestellt werden (Abb. 5.19a, b und 5.20a, b). Daher ist das Gefüge der unterschiedlich orientierten Proben hier gleich. Bei den bei 950° C zyklisch belasteten Proben stimmen die aus den Gefügeabmessungen der <001>-orientierten Proben abgeschätzten Werte mit den Meßwerten der <111>-orientierten Proben überein, auch hier kann von einer gleichen Gefügeentwicklung bei unterschiedlicher Orientierung ausgegangen werden.

Bei 1050° C läßt sich aus der Ausrichtung der Ausscheidungen in einem Winkel von 45° bei den <001>- und den <111>-orientierten Proben (Abb. 5.19e, f) schließen, dass hier die Gefügeausprägung nicht mehr gleich ist und somit bei unterschiedlicher Orientierung auch ein anderes Gefüge vorliegt.

4.4 Charakterisierung des Gefüges

4.4.1 Druckversuche

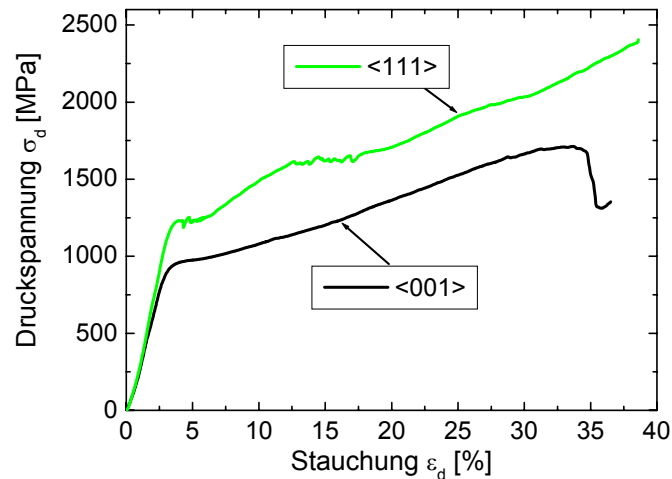


Abb. 4.23: Technisches Druckspannungs-Stauchungs-Diagramm einer <001> und <111> orientierten Probe

In Abb. 4.23 ist das technische Druckspannungs-Stauchungs-Diagramm einer <001>- und einer <111>-orientierten Probe dargestellt. Beide Proben wurden bei 850° C jeweils 92,4 h lang wärmebehandelt. Der Druckspannungs-Stauchungs-Verlauf der hier gezeigten Proben ist unabhängig von der Auslagerungsdauer. Der Unterschied in der Streckgrenze $R_{p0,2}$ von etwa 300 MPa zwischen den Orientierungen bleibt auch in den Fließspannungen bei gleicher Dehnung erhalten.

Auf der Oberfläche aller Proben können nach der Beanspruchung Gleitlinien festgestellt werden (Abb. 4.24). Einzelne parallele Gleitlinien lagern sich zu Gleitbändern zusammen. Während die Gleitbänder und -linien bei <001>-orientierten Proben über die gesamte Probenoberfläche verteilt sind, sind sie bei den <111>-orientierten Proben auf kleine Probenbereiche konzentriert. Bei beiden Proben kann im plastischen Bereich eine lineare Verfestigung beobachtet werden

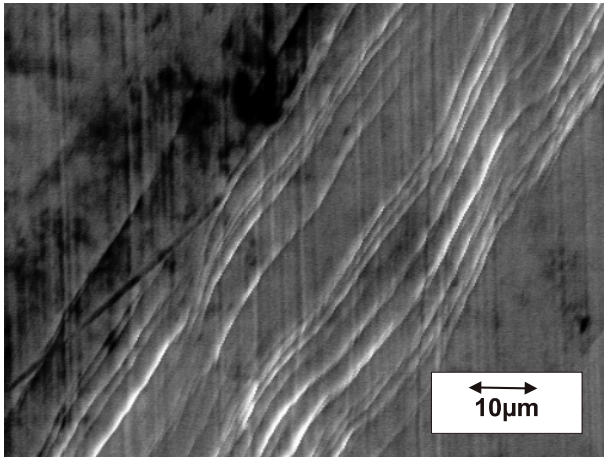


Abb. 4.24a: Gleitlinien

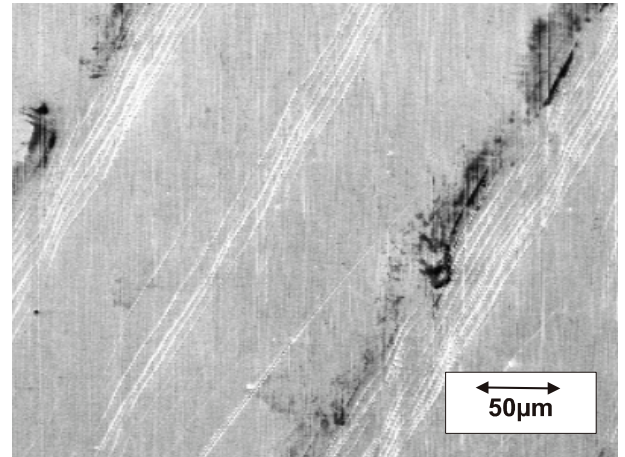


Abb. 4.24b: Gleitbänder

Abb. 4.24: Gleitlinien und Gleitbänder auf der Oberfläche einer druckgeprüften $\langle 001 \rangle$ -orientierten Probe (850° C, 70,4 h)

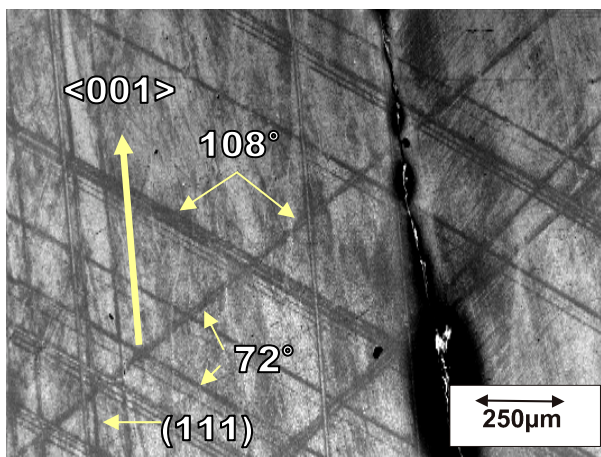


Abb. 4.25a: $\langle 001 \rangle$

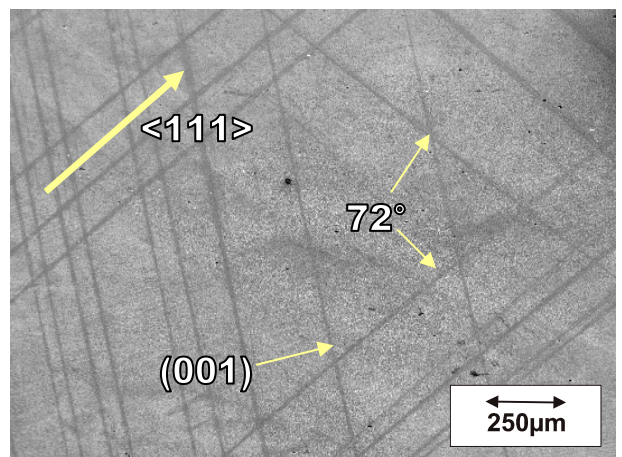


Abb. 4.25b: $\langle 111 \rangle$

Abb. 4.25: Gleitlinienmuster auf Schlißflächen

Abb.4.25 zeigt Gleitlinienmuster auf Schlißflächen $\langle 001 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -orientierter Proben. Bei der $\langle 001 \rangle$ -orientierten Probe (Abb. 4.25a) liegt die $\langle 001 \rangle$ -Richtung in einem Winkel von 4° zur der Belastungsrichtung, die parallel zum Bildrand verläuft. Es lassen sich drei Gleitsysteme unterscheiden. Zwei dieser Gleitsysteme liegen auf $\{111\}$ -Ebenen und schneiden sich unter einem Winkel von 72° . Zur $\langle 001 \rangle$ -Richtung liegen sie unter einem Winkel von jeweils 54° . Bei dem dritten Gleitsystem handelt es sich auch um Gleitsysteme auf $\{111\}$ -Ebene, da Gleitung in den $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben ausschließlich auf Oktaedergleitsystemen stattfindet.

Das Gleitlinienmuster der $\langle 111 \rangle$ -orientierten Probe (Abb. 4.25b) weist ebenfalls drei Gruppen von Gleitlinien auf. Zwei Gleitliniensysteme schneiden sich unter einem Winkel von 72° und lassen sich als Gleitsysteme auf $\{111\}$ -Ebenen identifizieren. Die Gleitlinien der dritten Gruppe schneiden die anderen beiden Gruppen jedoch unter verschiedenen Winkeln, so dass es sich nicht um eine $\{111\}$ -Ebene handelt, sondern vermutlich um ein kubisches Gleitsystem auf einer $\{001\}$ -Ebene. Gleitbänder in Proben unterschiedlicher Orientierung sind in Abb. 4.26 dargestellt. Im Gleitband ist die würfelförmige Morphologie der Ausscheidungen durch das Abscheren der Ausscheidungen aufgrund der Versetzungsbewegung zerstört.

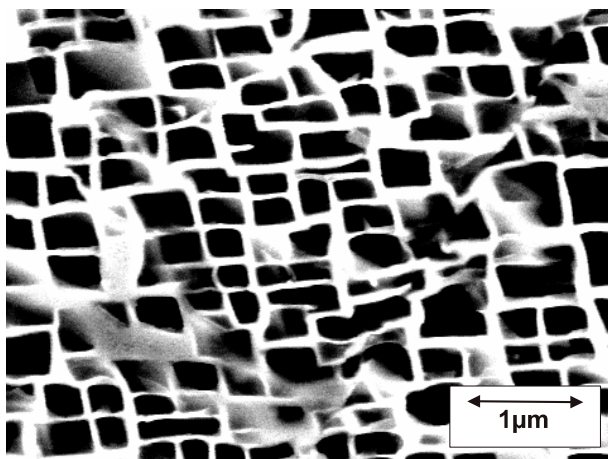


Abb. 4.26a: $\langle 001 \rangle$, 850° C , 2,2 h

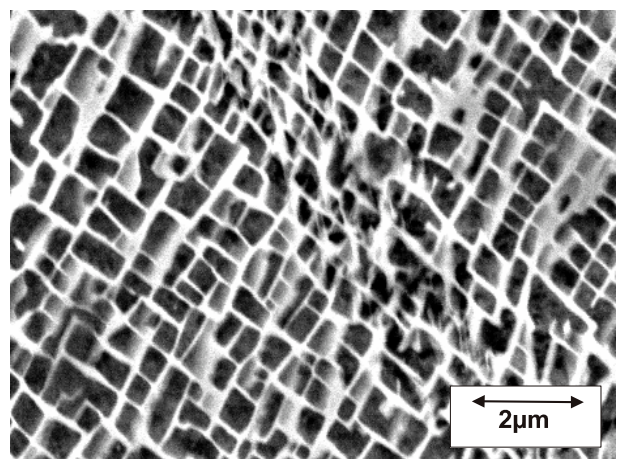


Abb. 4.26: $\langle 111 \rangle$, 1050° C , 52,3 h

Abb. 4.26: Gleitlinien im γ - γ' -Gefüge

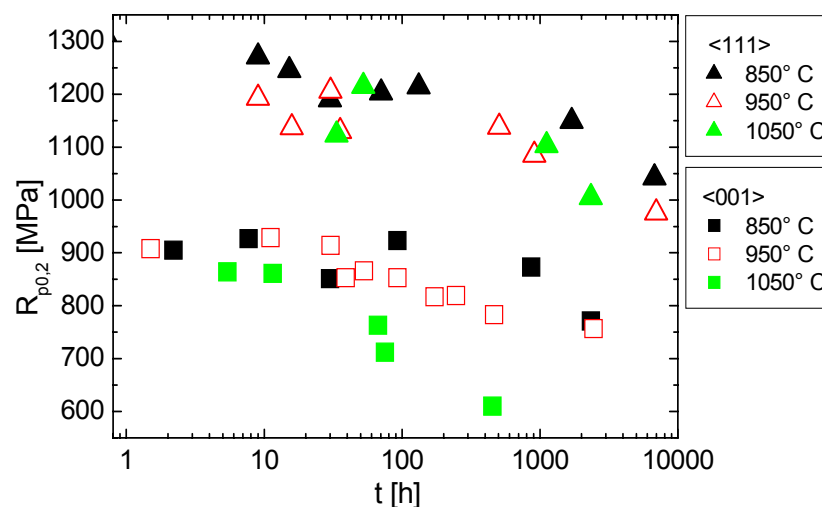


Abb. 4.27: $R_{p0.2}$ in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungsdauer

In Abb. 4.27 ist die Veränderung von $R_{p0,2}$ in Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer bei Temperaturen von 850° C, 950° C und 1050° C dargestellt. Die Orientierung und die Wärmebehandlungstemperatur wirken sich deutlich auf $R_{p0,2}$ aus. Proben in <111>-Richtung haben unabhängig von der Auslagerungsdauer eine um etwa 300 MPa höhere Stauchgrenze. In Abhängigkeit von der Auslagerungszeit nimmt die Stauchgrenze kontinuierlich ab.

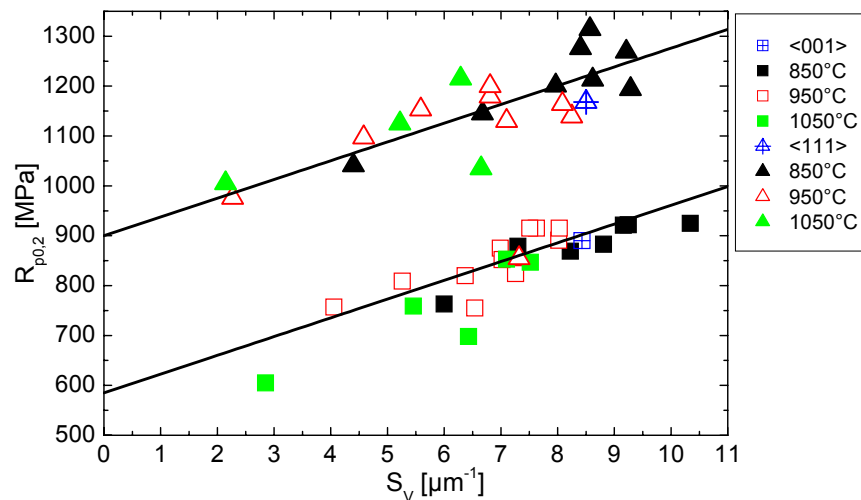


Abb. 4.28: $R_{p0,2}$ in Abhängigkeit von S_v

Zwischen der Grenzflächendichte S_v und $R_{p0,2}$ kann ein linearer Zusammenhang hergestellt werden (Abb. 4.28). Die Steigung der Geraden ist bei beiden Probenorientierungen gleich. Es ergeben sich Geradengleichungen der Form

$$R_{p0,2}(t) = R_{p0,2}^0 + kS_v \quad (4.3)$$

Die Achsenabschnitte und die Steigung der Geraden sind in Tab. 4.6 zusammengefaßt. Eine Abhängigkeit der Stauchgrenzen von der Quadratwurzel der Grenzflächendichte, wie sie von Hall und Petch [Hall51, Petc53] für die verfestigende Wirkung von Korngrenzen in polykristallinen Materialien hergeleitet wurde, konnte nicht festgestellt werden.

	$R_{p0,2}^0$ [MPa]	k [MPa μm]
<001>	585	37,6
<111>	910	37,6

Tab. 4.6 Achsenabschnitte und Steigung der Geraden bei der Anpassung von $R_{p0,2}$ in Abhängigkeit von S_v

4.4.2 Härtemessung

Die Orientierung der Proben lässt sich durch das Gleitlinienmuster auf der Schliifffläche bestimmen. Die Gleitlinienmuster entsprechen der in Kapitel 2.8.2 durch verschiedene Autoren beschriebenen Anordnung. Bei $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben, also mit der $\{001\}$ -Ebene als Schliifffläche, stehen zwei unabhängige Gleitsysteme senkrecht aufeinander. Bei $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben (mit der $\{121\}$ -Ebene als Schliifffläche) schneiden sich drei unabhängige Gleitliniensysteme unter einem Winkel von 60° (Abb. 4.29).

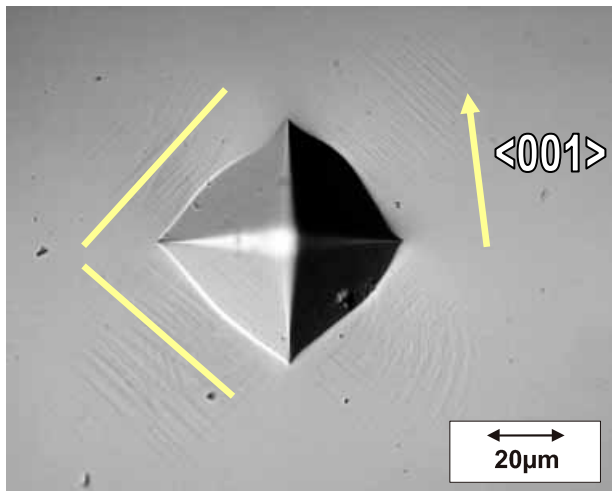


Abb. 4.29a: $\{001\}$ -Ebene

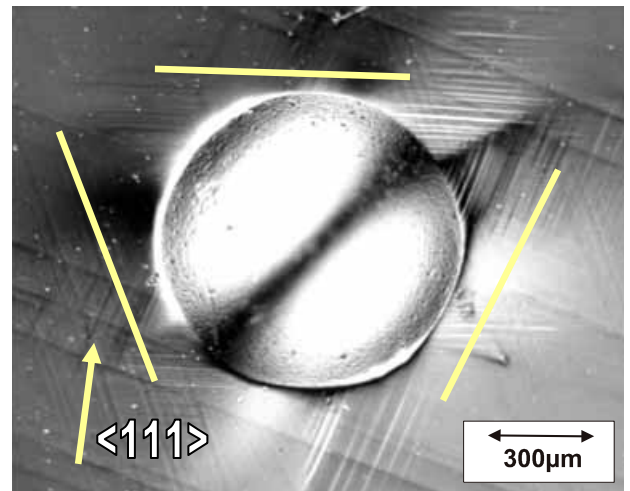


Abb. 4.29b: $\{121\}$ -Ebenen

Abb. 4.29: Härteeindrücke in $\{001\}$ - und $\{121\}$ -Ebenen

Während bei den $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben die Pyramidenform des Vickershärteeindrucks erhalten bleibt, sind bei Härteeindrücken in $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben deutliche Abweichungen in ihrer Form zu erkennen. Dieser Effekt der Orientierungsabhängigkeit der Form der Eindrücke wurde systematisch durch schrittweise Variation des Winkels zwischen der $\langle 001 \rangle$ -Richtung und der Diagonalen des Härteeindrucks untersucht. Dabei kann jedem Drehwinkel in der $\{001\}$ - oder $\{121\}$ -Ebene eine definierte kristallographische Richtung zugeordnet werden.

Mit dem Drehwinkel ändert sich die Kantenform der Grundfläche systematisch. Bei einem Drehwinkel von 45° (Abb. 4.30c) sind die Kanten nach innen, unter einem Drehwinkel von 0° (Abb. 4.30h) nach außen gewölbt. Zwischen diesen Formen treten Formen mit einem wellenförmigen Kantenverlauf auf. Die Veränderung der Eindrucksform wiederholt sich zyklisch nach 90° .

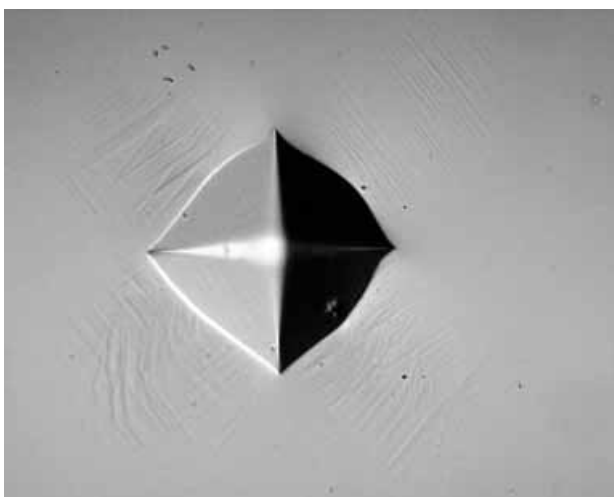


Abb. 4.30a: 0°

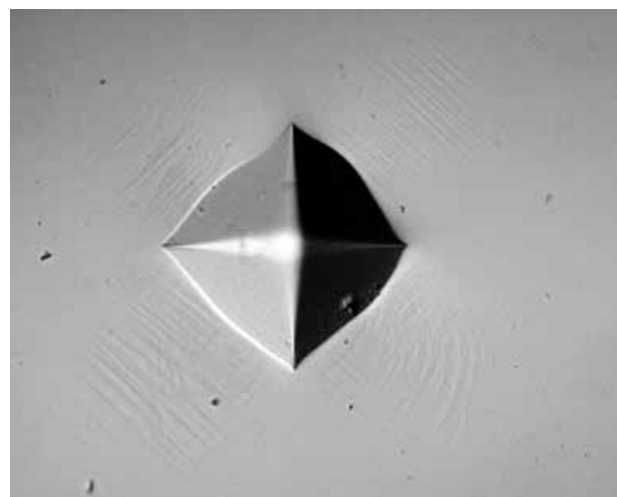


Abb. 4.30b: 5°

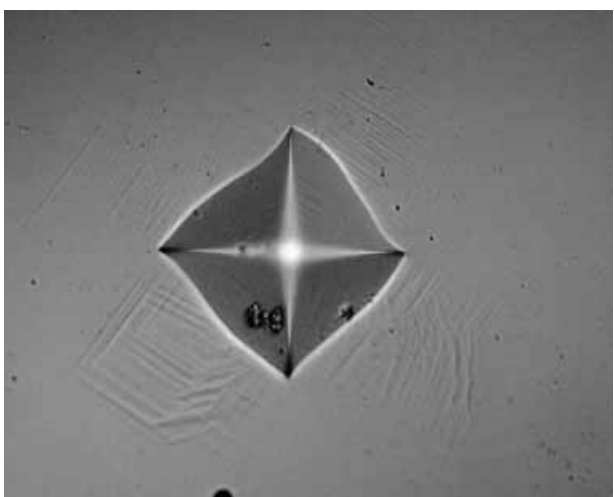


Abb. 4.30c: 15°

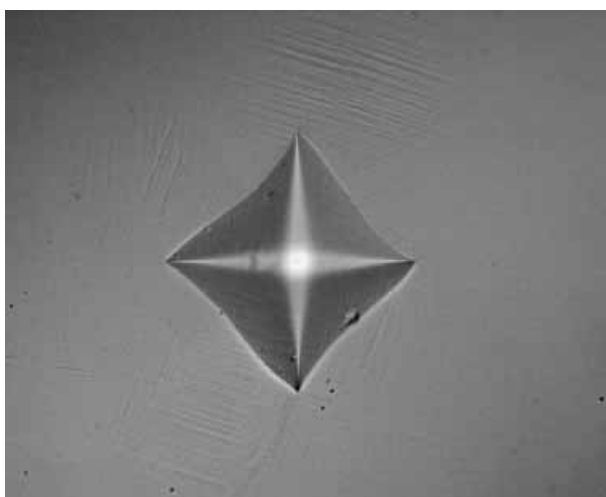


Abb. 4.30d: 30°

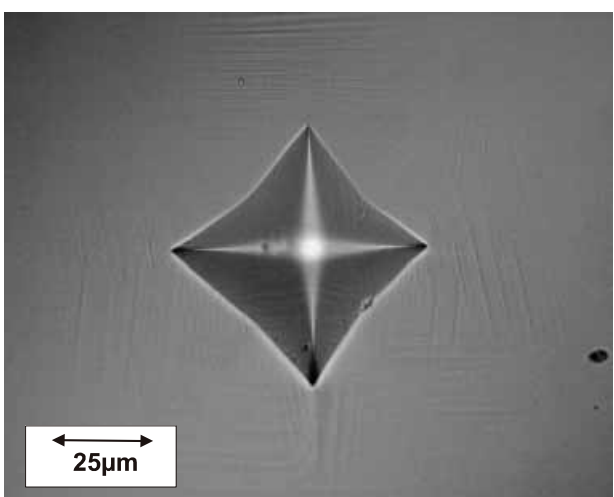


Abb. 4.30e: 45°

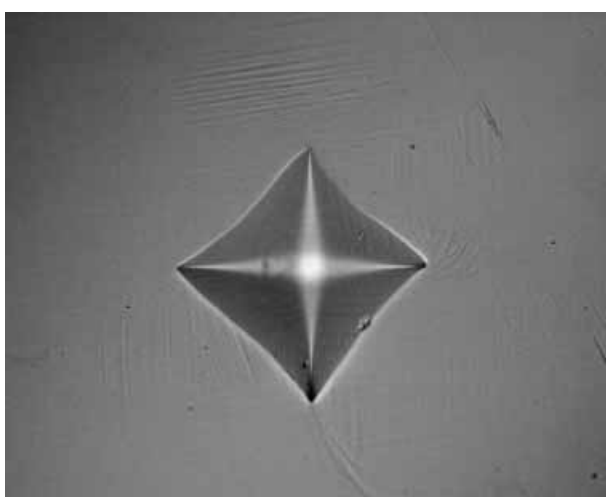


Abb. 4.30f: 55°

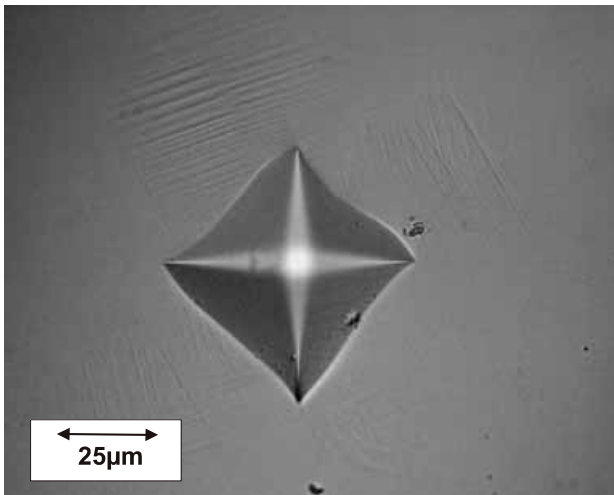


Abb. 4.30g: 75°

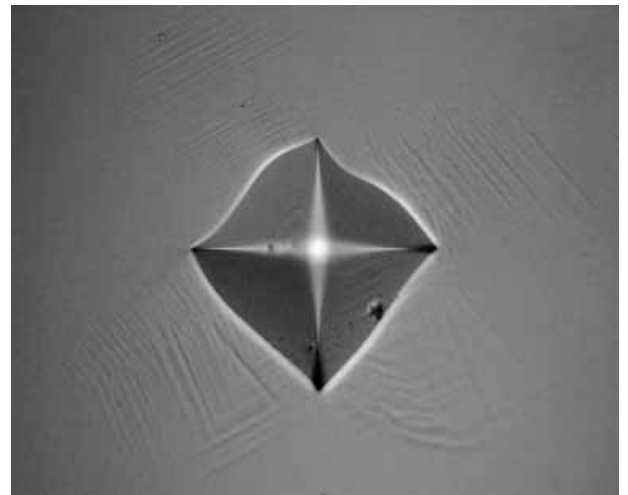


Abb. 4.30h: 85°

Abb. 4.30: Vickersseindrücke in einer {001}-Ebene bei unterschiedlichen Drehwinkeln zur <001>-Achse

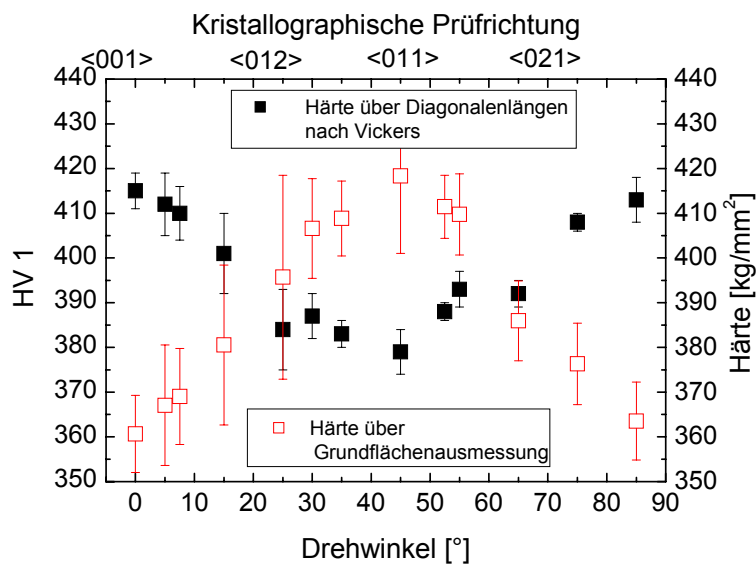


Abb. 4.31: Verlauf der über die Diagonalenlängen und über die Messung der Grundflächen berechneten Härtewerte in Abhängigkeit vom Drehwinkel bzw. der kristallographischen Prüfrichtung in einer {001}-Ebene

Die Vickershärte wurde für jeden Drehwinkel aus den Diagonalenlängen und aus der Grundfläche der Härteeindrücke berechnet (Abb. 4.31). Die über die Grundfläche bestimmte Härte verläuft gegenläufig zur aus den Flächendiagonalen bestimmten Härte.

Die aus den Diagonalen berechnete Härte erreicht bei einem Drehwinkel von etwa 0° ein Maximum (<001>-Richtung, 415 HV1), das Minimum liegt bei einem Drehwinkel von 45° (<011> Richtung, 379 HV1). Der Härteverlauf korreliert mit der Formänderung der Eindrücke.

Das Maximum der Härte entspricht dem nach außen gewölbten Eindruck, das Minimum den nach innen gewölbten Grundflächenkanten. Die aus der Grundfläche der Härteeindrücke berechneten Werte der Vickershärte werden minimal für einen Drehwinkel von 0° ($\langle 001 \rangle$ -Richtung) und maximal 45° ($\langle 011 \rangle$ -Richtung).

Die Abhängigkeit der gemessenen Härte von der Orientierung in der Prüfebene wurde auch an den $\{121\}$ -Schliffflächen der $\langle 111 \rangle$ -orientierter Proben untersucht. Lichtmikroskopische Aufnahmen einiger Eindrücke sind in Abb. 4.32 dargestellt. Eine Veränderung der Eindrucksform tritt hier nicht auf.

Die Vickershärte streuen um einen Mittelwert von 417 HV1 (Abb. 4.33). Im Verlauf der Härte in Abhängigkeit vom Drehwinkel sind kleinere Schwankungen als bei den Härteeindrücken in $\{001\}$ -Ebenen festzustellen. Im untersuchten Bereich sind zwei Maxima zu erkennen, ein Maximum bei 0° ($\langle 111 \rangle$ -Richtung) und ein Maximum bei etwa 60° . Bei etwa 30° ist die Härte minimal.

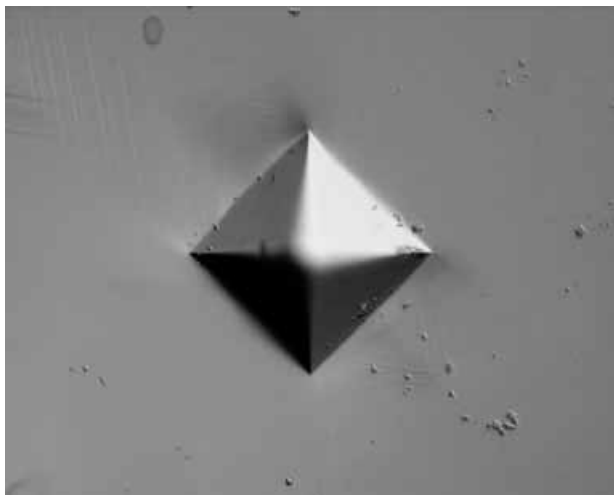


Abb. 4.32a: 10°

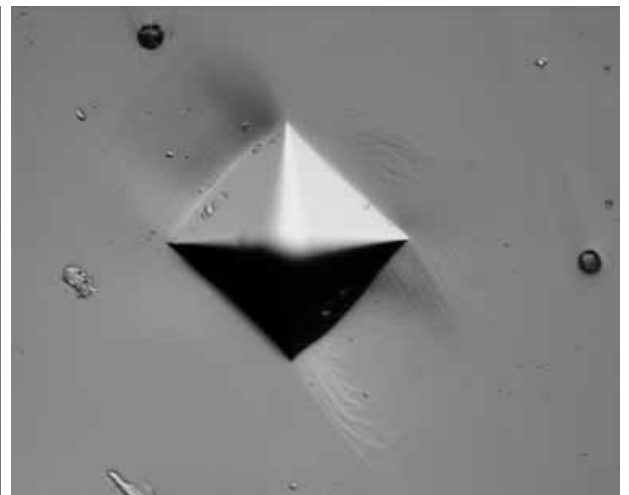


Abb. 4.32b: 30°

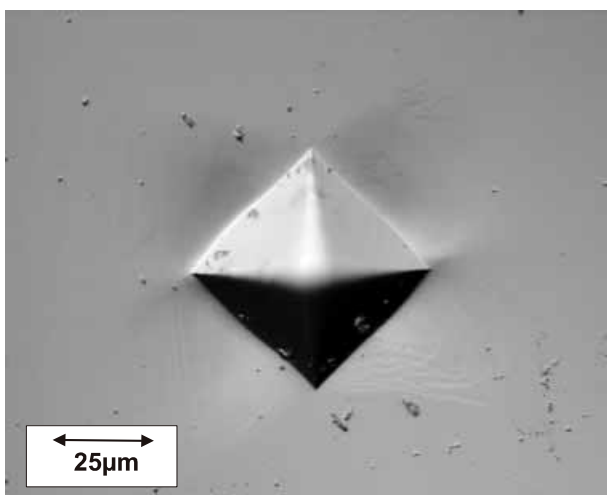


Abb. 4.32c: $57,5^\circ$

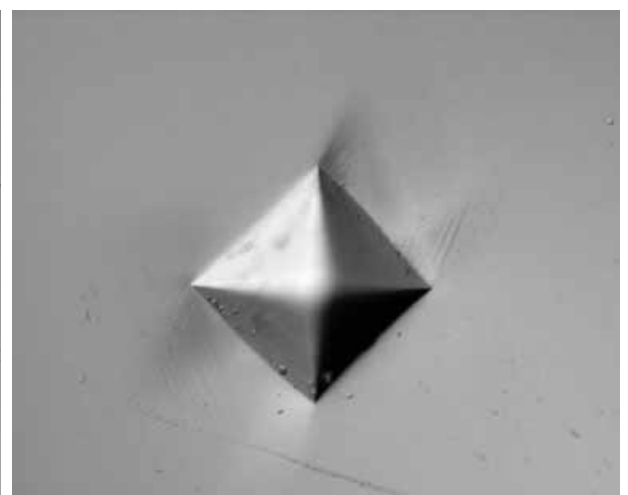


Abb. 4.32d: 80°

Abb. 4.32: Vickerseindrücke in einer $\{111\}$ -Ebene

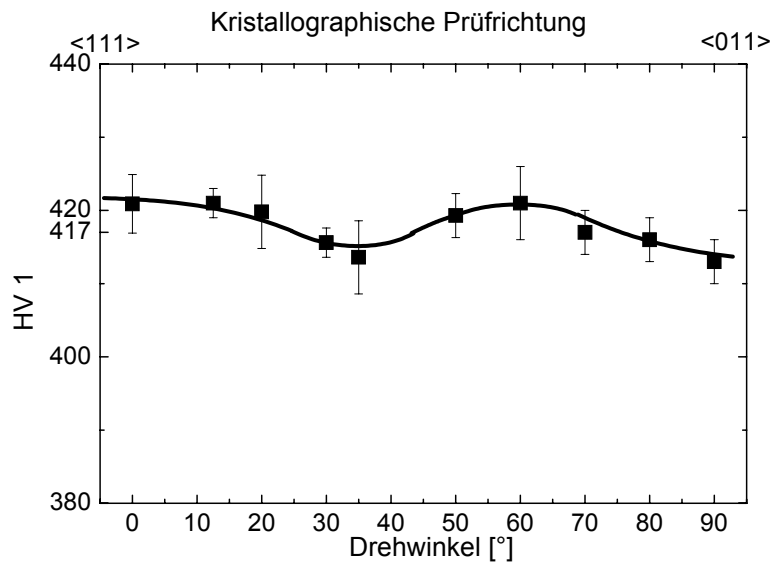


Abb.4.33: Vickershärte in Abhängigkeit von dem Drehwinkel bzw. der kristallographischen Prüfrichtung in einer {121}-Ebene

Der jeweils starke Einfluß der Orientierung der Härteeindrücke in die Prüffläche auf die gemessenen Härtewerte machte eine Korrektur nötig. Ein zusätzlicher Nachteil der Vickershärtemessung ist, dass in anisotropen Gefügen, wie sie z.B. bei den Kriechversuchen entstehen, die Verzerrung der Eindrücke nur mit großem Aufwand zu berücksichtigen ist. Daher wurde für weitere Untersuchungen die Brinellhärte verwendet.

Abb. 4.34 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen von Brinelleindrücken in den <001>- und <111>-orientierten Proben auf den {001}- und {121}-Ebenen. Bei Brinelleindrücke in {001}-Ebenen (Abb. 4.34a) ist die Kreisform der Eindrücke an den vier <001>-Richtungen abgeflacht. Diese Anisotropie resultiert aus der kristallographischen Orientierung und nicht aus der Erstarrungsrichtung. Bei einer Abweichung der Probenachse von <001>-Richtung sind die Abflachungen in die <001>-Richtungen orientiert und nicht in Probenrichtung. Bei Eindrücken in {121}-Ebenen sind nur geringe Abweichungen von der Kreisform zu sehen (Abb. 4.34b).

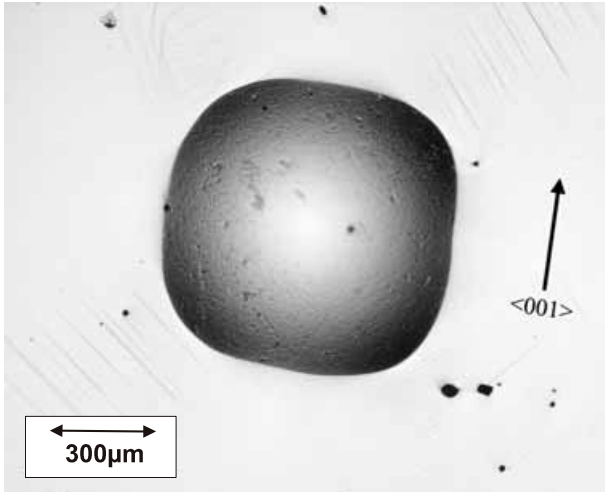


Abb. 4.34a: {100}-Ebene

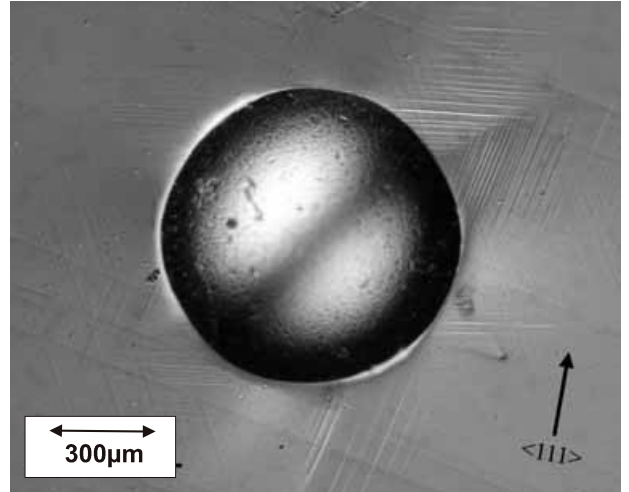


Abb. 4.34b: {121}-Ebene

Abb. 4.34: Brinelleindrücke in <001>- und <111>-orientierten Proben

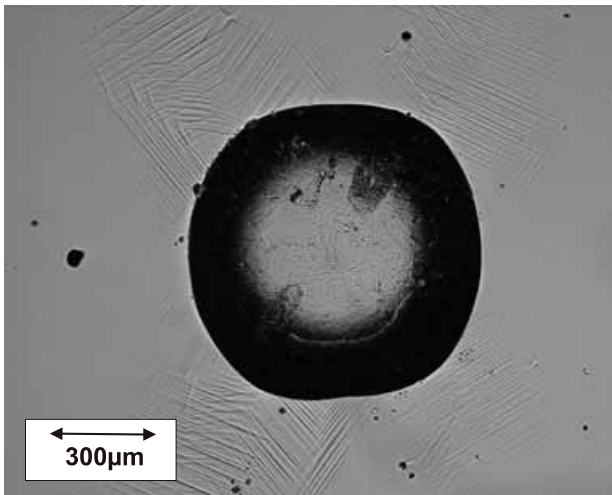


Abb. 4.35a: Ausgangsprobe

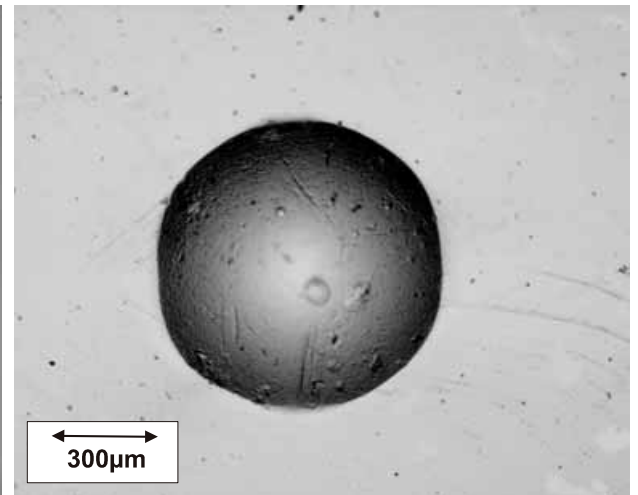


Abb. 4.35b: T=850° C, 7,7 h

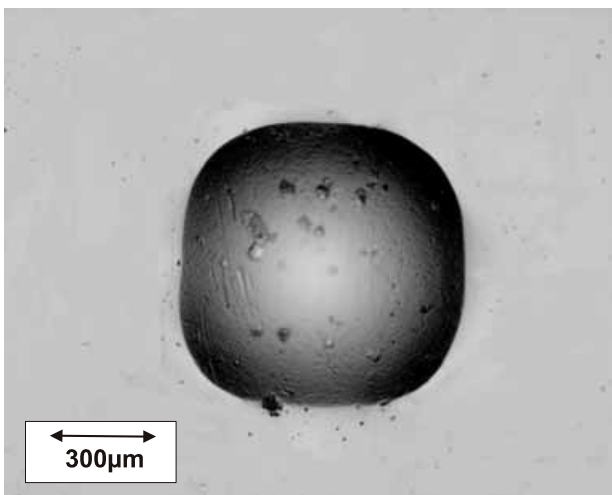


Abb. 4.35c: T=1050° C, 75 h

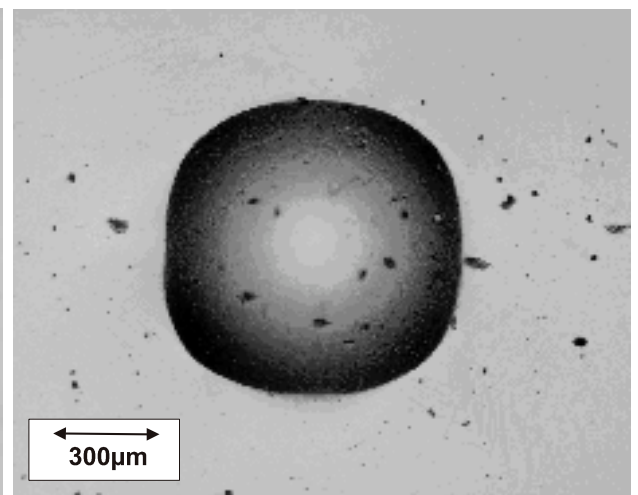


Abb. 4.35d: T=950° C, 2444 h, 180 MPa

Abb. 4.35: Brinelleindrücke in <001>-orientierte Proben nach einer Wärmebehandlung und nach Kriechversuchen

Wärmebehandelte Proben zeigen eine veränderte Form der Brinelleindrücke. Nach einer kurzen Wärmebehandlung bei Eindrücken in $\{001\}$ -Ebenen ist zunächst eine geringere, nach längerer Wärmebehandlung eine stärkere Abflachung der $\langle 001 \rangle$ -Richtungen zu erkennen (Abb. 4.35b, c).

Bei kriechbelasteten Proben bildet sich zunächst eine stärkere, später eine kleinere Abflachung aus (Abb. 4.35d). Bei den zyklischen Versuchen ist die Abflachung erst stärker, bei höheren Temperaturen bzw. längeren Belastungsdauern dann schwächer (Abb. 4.36).

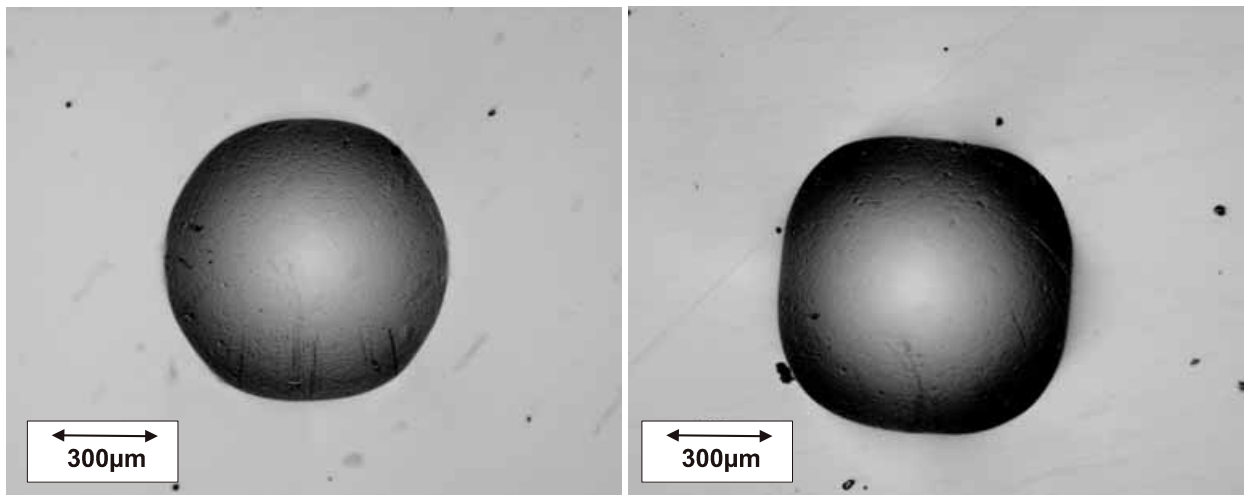


Abb. 4.36b: $T=950^{\circ}\text{C}$, 246 h, $N=32$

Abb. 4.36a: $T=850^{\circ}\text{C}$, 9 h, $N=5$

Abb. 4.36: Brinelleindrücke in $\langle 001 \rangle$ -orientierte Proben nach zyklischen Versuchen

Nach einer Wärmebehandlung verändert sich auch bei Eindrücken in $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben die Form der Brinelleindrücke. In 45° - und 135° -Richtungen entstehen bei der Auslagerung Abflachungen bzw. in 90° - und 0° -Richtung Ausbuchtungen (Abb. 4.37a, b). Die gleiche Veränderung wird bei den Kriechversuchen und den zyklischen Versuchen beobachtet (Abb. 4.37c, d).

Die Berechnung der Brinellhärte kann über die Fläche des Eindrucks erfolgen. Die Brinellhärte nimmt, wie in Kap. 4.4.1 bei den Druckversuchen die 0,2%-Stauchgrenze $R_{p0,2}$, linear mit S_V und unabhängig von der Vorbelastung der Proben und deren Orientierung zu (Abb. 4.38):

$$HB_{50} = HB_0 + c_2 \cdot S_V \quad (4.4)$$

mit $HB_0 = 440 \text{ HB}_{50}$ und $c_2 = 7,7 \text{ } \mu\text{mHB}_{50}$.

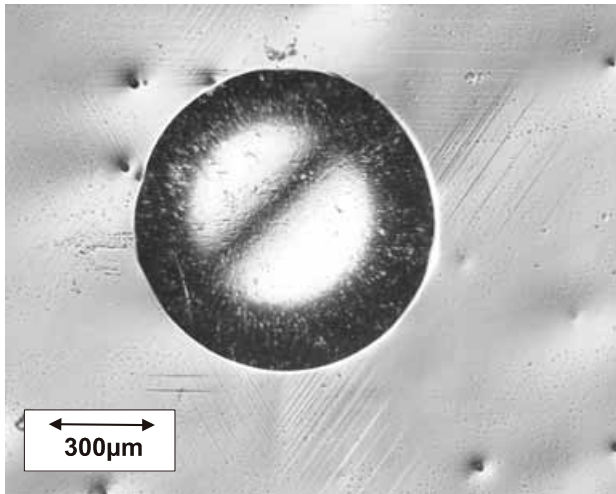


Abb. 4.37a: Ausgangsprobe

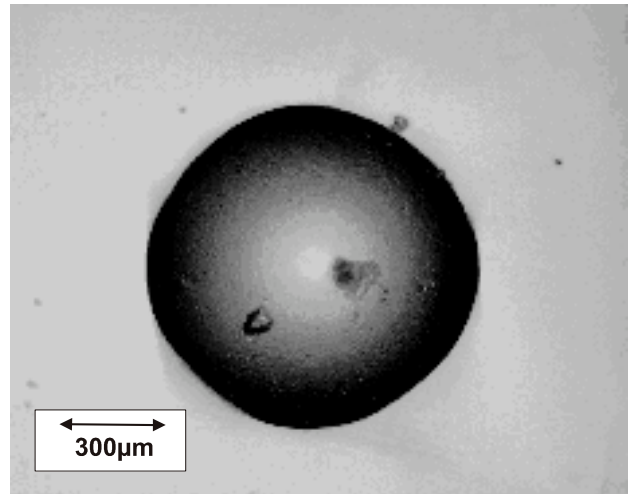


Abb. 4.37b: $T=950^{\circ}\text{C}$, 6968 h

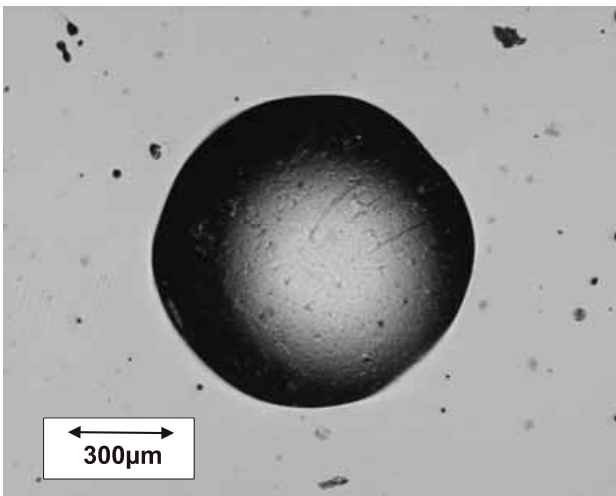


Abb. 4.37c: $T=950^{\circ}\text{C}$, 908 h, 265 MPa

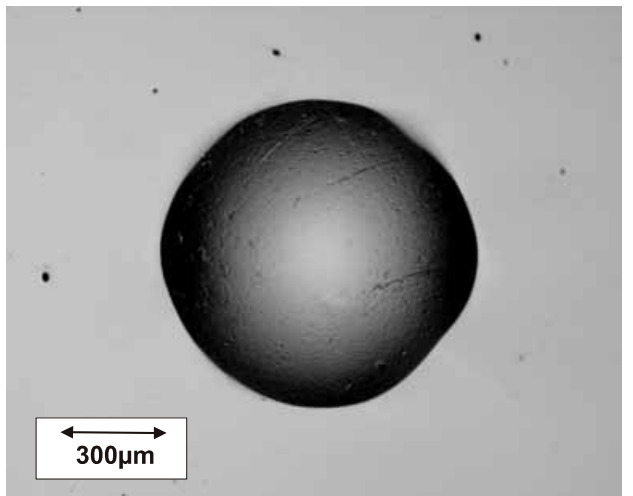


Abb. 4.37d: $T=1050^{\circ}\text{C}$, 52 h, $N=448$

Abb. 4.37: Brinelleindrücke in $\langle 111 \rangle$ -orientierte Proben

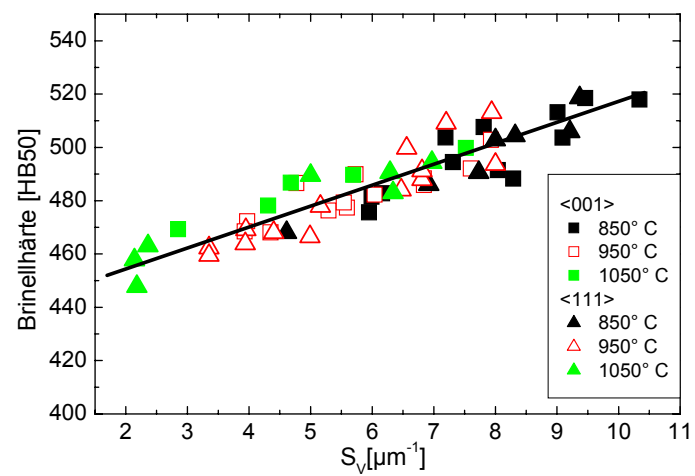


Abb.4.38: Brinellhärte in Abhängigkeit von S_v

Aus der Veränderung der Form der Eindrucksflächen kann auf die Morphologieveränderung des Gefüges geschlossen werden. Gefügeveränderungen wurden in 0°-, 90°- und 45°-Richtung gemessen (s. Kap. 4.2 und 4.3), ebenso wurden die Veränderungen des Durchmessers der Brinelleindrücke in diese Richtungen gemessen.

Die Veränderungen der Ausscheidungsmorphologie werden durch die Parameter

$$g_1 = \frac{l_{0^\circ}}{l_{90^\circ}}, g_2 = \frac{2l_0}{l_{135^\circ} + l_{45^\circ}} \text{ und } g_3 = \frac{2l_{90^\circ}}{l_{135^\circ} + l_{45^\circ}} \quad (4.5)$$

und die Veränderung der Form der Eindrucksflächen der Brinelleindrücke durch die Parameter

$$G_1 = \frac{F_{0^\circ}}{F_{90^\circ}}, G_2 = \frac{2 \cdot F_{0^\circ}}{F_{45^\circ} + F_{135^\circ}} \text{ und } G_3 = \frac{2 \cdot F_{90^\circ}}{F_{45^\circ} + F_{135^\circ}} \quad (4.6)$$

charakterisiert. Veränderungen in gleicher Richtung (d.h. Parameter g_1 mit Parameter G_1 , g_2 mit G_2 und g_3 mit G_3) wurden korreliert.

Mit den Brinelleindrücken können sowohl die Grenzflächendichte S_V als auch die Veränderung der Ausscheidungsmorphologie erfaßt werden und die sehr aufwendige Metallographie und Gefügeauswertung ersetzt werden.

Der Parameter G_1 beschreibt die Veränderung der Morphologie des Härteeindrucks in 0°- und 90°-Richtung. Mit dem Parameter G_2 kann die Veränderung der Härteeindrucksmorphologie senkrecht zur Lastrichtung (0°) und unter 45° zur Lastrichtung und mit dem Parameter G_3 die Veränderung der Härteeindrucksmorphologie in Lastrichtung (90°) und unter 45° zur Lastrichtung charakterisiert werden.

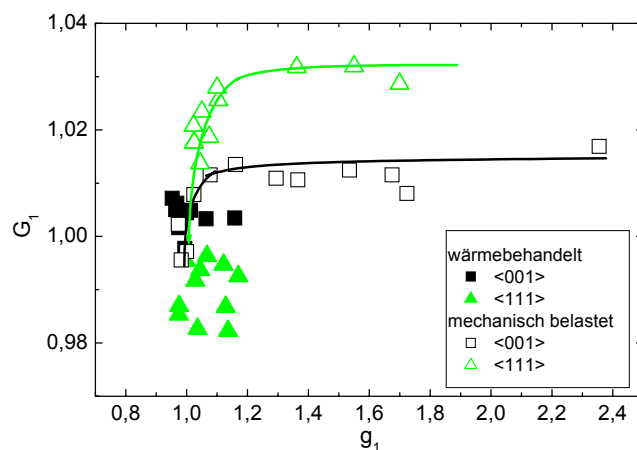


Abb. 4.39a: G_1 in Abhängigkeit von g_1

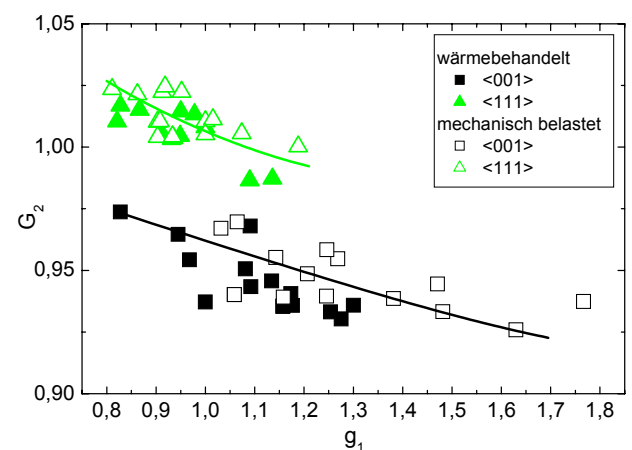


Abb. 4.39b: G_2 in Abhängigkeit von g_2

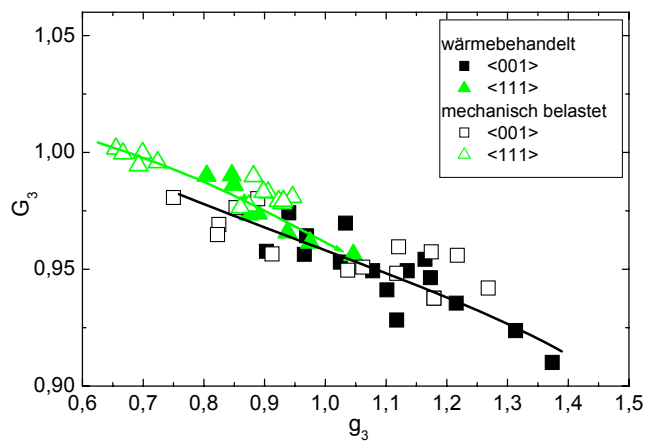


Abb. 4.39b: G_3 in Abhängigkeit von g_3

Abb. 4.39: Veränderung der Form der Brinelleindrücke (G_1 , G_2 und G_3) in Abhängigkeit der Veränderung des Gefüges (g_1 , g_2 und g_3)

4.5 TEM-Untersuchungen

Mit TEM-Untersuchungen sollte festgestellt werden, unter welchen Bedingungen bei Druckversuchen die γ' -Ausscheidungen geschnitten werden. Untersucht wurde eine $\langle 001 \rangle$ orientierte Probe, die nach einer Wärmebehandlung von 30 h bei 850°C eine Grenzflächendichte von $8,8 \mu\text{m}^{-1}$ aufwies und bis zu einer plastischen Stauchung von 27 % verformt war.

Überwiegend erfolgt die Verformung durch Versetzungen in der γ -Matrix. Auch die Ausscheidungen werden durch Versetzungen geschnitten, wie dies in Abb. 4.40 bei den mit (1) markierten Stellen zu sehen ist. Trifft eine Versetzung in ihrer Bewegung auf eine γ - γ' -Phasengrenze, laufen Teile der Versetzung zunächst durch die γ -Matrix weiter und bilden Versetzungsringe, die durch Matrixkanäle verlaufen und deren Versetzungslinie an der γ - γ' -Phasengrenze liegt (2). Andere Teile der Versetzung werden durch die Ausscheidung in ihrer Bewegung gestoppt und es bildet sich ein Versetzungsnetzwerk auf der γ - γ' -Phasengrenze (3).

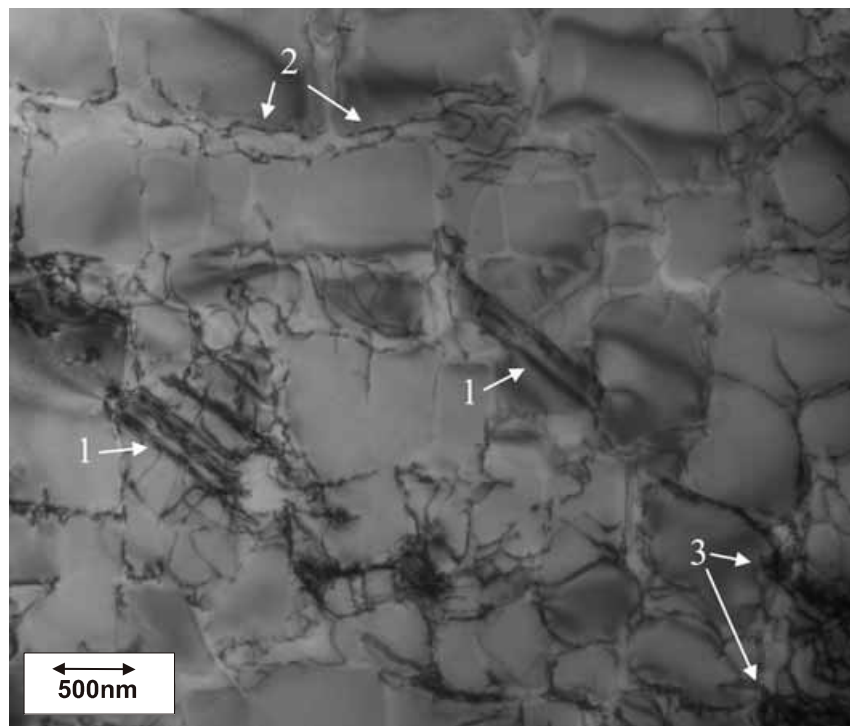


Abb. 4.40: Verschiedene Versetzungsarten in einer $\langle 001 \rangle$ orientierten Druckprobe (Hellfeldaufnahme)

Die Versetzungsbewegung erfolgt ausschließlich im Gleitband. Abb. 4.41 zeigt eine Hellfeld-Aufnahme eines Gleitbandes mit zahlreichen Versetzungen, welche die Ausscheidungen schneiden.

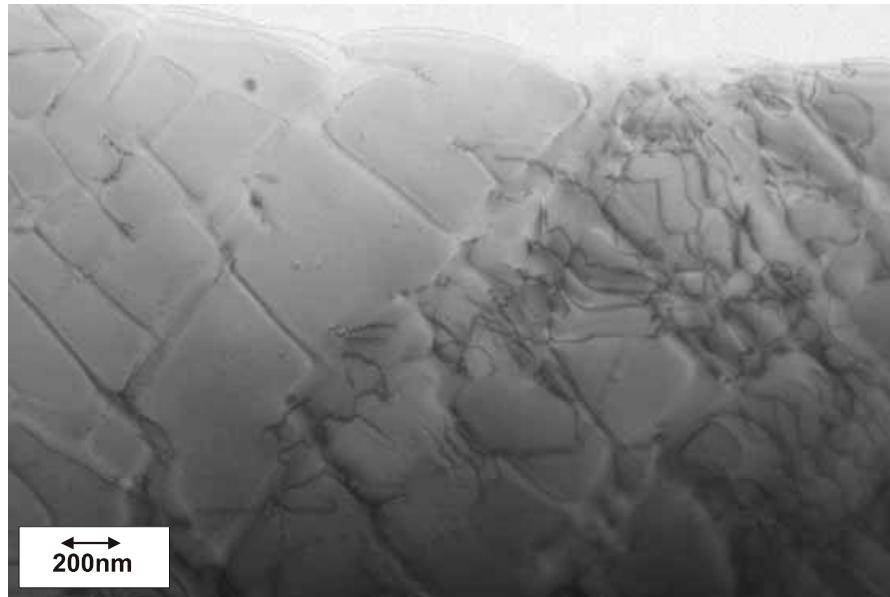


Abb. 4.41: Hellfeld-Abbildung eines Gleitbandes

4.6 Diskussion

4.6.1 Gefügeveränderungen durch eine Wärmebehandlung

Die Grenzflächendichte S_V (Abb. 4.4) und damit das Gefüge zeigt unterschiedliche Veränderungen in Abhängigkeit von der Wärmebehandlungstemperatur. Während bei 850°C zunächst eine Verfeinerung des Gefüges zu beobachten ist, setzt bei 1050° C sofort eine Vergröberung des Gefüges ein. Bei 950° C ist zunächst keine Veränderung von S_V zu erkennen. In der Literatur konnte keine ähnliche Beschreibung der Veränderung der Ausscheidungen bzw. der Grenzflächendichte gefunden werden. Die Veränderung des Gefüges wird meist erst nach längeren Auslagerungsdauern untersucht, z.B. von Sengupta nach 35 h [Seng93].

Bei 850° C werden die Spannungen um die Ausscheidungen nach dem Aufheizen durch eine Verfeinerung des Gefüges nach einem bekannten Mechanismus, den Khachaturyan [Khac69] zuerst vorschlug, kompensiert. Dabei spalten die Ausscheidungen in Doublette oder Oktette auf [Glat89, McCo92, Lee96] und verringern die elastische Energie um die Ausscheidungen. Bestätigt wird dies durch die Betrachtung des Durchmessers und des Abstandes der Ausscheidungen (Abb. 4.9, 4.10). Zu Beginn der Wärmebehandlung ist bei allen Proben ein im Vergleich zur Ausgangsprobe kleinerer durchschnittlicher Durchmesser und kleinerer Abstand der Ausscheidungen zu beobachten. Ursache für die Veränderungen der Ausscheidungsabmessungen zu Beginn der Wärmebehandlung ist der Abbau der Kohärenzspannungen um die Ausscheidungen. Bei einer längeren Wärmebehandlungsdauer hat sich ein Gleichgewicht zwischen den Kohärenzspannungen um die Ausscheidungen und deren Grenzflächenenergie der Phasengrenze und damit ihrer Größe eingestellt. Dies

erklärt, warum die starke Verfeinerung bei 850° C nur zu Beginn der Wärmebehandlung vorherrscht.

Mit S_V kann also sowohl die Veränderung des Gefüges und damit die freie Weglänge der Versetzungen durch eine Vergröberung als auch durch eine Veränderung des Volumenanteils der γ' -Phase erfaßt werden. Die Abnahme von S_V zu Beginn der Wärmebehandlung bei 1050° C wird durch eine Verringerung des γ' -Volumenanteiles verursacht (Abb. 4.11). Dies bestätigt die Betrachtung der Größe und des Abstandes der Ausscheidungen. Bei 1050° C sind bei den wärmebehandelten Proben die Abstände der Ausscheidungen immer größer und die Ausscheidungen zunächst kleiner als in der Ausgangsprobe.

Bei einer Wärmebehandlung bei 950° C scheinen die Kohärenzspannungen um die Ausscheidungen und der Grenzflächenenergie der Phasengrenze im Gleichgewicht zu sein, eine signifikante Veränderung des Volumenanteiles zu Beginn der Wärmebehandlung kann nicht festgestellt werden (Abb. 4.11).

Zur Berechnung des Volumenanteils aus dem Flächen- bzw. Linienanteil werden in der Literatur verschiedene Formeln diskutiert. Zur Berechnung des Volumenanteils wurde von verschiedenen Autoren [Carr77, Fleu97a, Schn93] die Formel

$$V_V = A_A^{3/2} \quad (4.7)$$

bei einer regelmäßigen Anordnung der würfelförmigen Ausscheidungen verwendet (siehe Anhang). Bei Abweichungen von der regelmäßigen Anordnung der Ausscheidungen wie in den untersuchten Gefügen entspricht der Volumenanteil V_V dem Flächenanteil A_A bzw. dem Linienanteil L_L [Exne86]:

$$V_V = A_A = L_L. \quad (4.8)$$

Da selbst im Ausgangsgefüge die Bedingungen für Gl. 4.7 nicht erfüllt sind und Abweichungen von der regelmäßigen Anordnung der Ausscheidungen zu beobachten sind (Abb. 4.2), wurde der γ' -Volumenanteil über Gl. 4.8 bestimmt.

In Tab. 4.7 sind der Volumenanteil der γ' -Phase nach Feller-Kniepmeier [Fell96], Roebuck [Roeb01] und der in dieser Arbeit gemessene Volumenanteil im Gleichgewicht zusammengefasst:

T[°C]	Volumenanteil [%]		
	nach [Fell96]	nach [Roeb01]	gemessen
850	71	68	66,4
950	66	66	65,7
1050	60	63	62,9

Tab.4.7: Volumenanteil der γ' -Phase

Von Feller-Kniepmeier wurde zwischen 850° C und 1050° C eine Veränderung des γ' -Volumenanteil von 11 %, von Roebuck [Roeb01] von 5 % gemessen. Die in dieser Arbeit gemessenen Werte (Differenz ca. 4 %) stimmen mit den Werten von Roebuck überein.

Bei einer längeren Wärmebehandlung vergrößern die Ausscheidungen bei allen untersuchten Temperaturen. Die Vergrößerung läßt sich gut mit der LSW-Gleichung beschreiben (Abb. 4.5). Andere Exponenten, wie von Sengupta [Seng93] vorgeschlagen, sind nicht sinnvoll. Der Mechanismus ist hier bei bevorzugtem Wachstum der Ausscheidungen in eine der $\langle 001 \rangle$ -Richtungen eine Vergrößerung mit der Verkleinerung der Grenzfläche zwischen den Phasen als treibender Kraft.

Die gemessene Aktivierungsenergie für die Vergrößerung liegt bei 250 kJmol⁻¹. Diese Aktivierungsenergie ist etwa 50 kJmol⁻¹ größer als in anderen γ' -haltigen Legierungen und vergleichbar mit dem von Giamei in einer anderen rheniumhaltigen Superlegierung gefundenen Wert von 260 kJmol⁻¹ [Giam85]. Giamei begründet die Zunahme der Aktivierungsenergie mit der Behinderung der Verschiebung der γ - γ' -Grenzfläche durch Re-Cluster.

4.6.2 Gefügeveränderungen durch eine Hochtemperaturbelastung

Bei den mechanisch belasteten Proben sind außer bei den zyklischen Versuchen bei 850° C kleinere Grenzflächendichten als in den ausgelagerten Proben zu beobachten (Kap. 4.3.1, Abb. 4.17-4.19, Kap. 4.3.2, Abb. 4.22). Mit steigender Temperatur wird der Spannungseinfluß auf die Vergrößerung und damit die Grenzflächendichtedifferenz ΔS_V größer. Die Höhe der angelegten Spannung bei den Kriechversuchen oder die Zahl der Lastwechsel, die Dehnungs- und Spannungsschwingbreite zeigen in den untersuchten Bereichen keine Auswirkungen auf die Vergrößerung, wichtig ist hingegen die Dauer der mechanischen Belastung. Dass ein Einfluß der Höhe der angelegten Spannung auf Morphologie der Ausscheidungen und deren Vergrößerung besteht, kann nicht ausgeschlossen werden, im untersuchten Spannungsbereich konnte bei unterschiedlichen Spannungen kein Unterschied festgestellt werden.

Zu Beginn der Kriechbelastung bildet sich, unabhängig von der Höhe der angelegten Kriechspannung, ein Gefüge aus γ' -Flößen aus, wie es von verschiedenen Autoren beschrieben wurde [Schn93, MacK86, Fell85]. Durch die angelegte Spannung wird die Diffusion senkrecht zur angelegten Kriechspannung begünstigt und durch die thermische Aktivierung der Diffusion ist das Wachstum von Flößen bei höheren Temperaturen schneller. Der Durchmesser der Ausscheidungen in Lastrichtung, also die Floßdicke, muß in Abhängigkeit von der Belastungstemperatur betrachtet werden. Bei den Versuchen bei 850° C ist der Ausscheidungsdurchmesser immer kleiner, bei 1050° C immer größer und bei 950° C ist der Ausscheidungsdurchmesser zunächst kleiner und ab ca. 170 h dann größer als bei den wärmebehandelten Proben. Das Modell nach Pollock (Gl. 2.18, 2.19) [Poll94], das von einer reinen Umlagerung der ausscheidungsbildenden Elemente von den Matrixkanälen

senkrecht zur Lastrichtung in die Matrixkanäle in Lastrichtung ausgeht, kann hier nicht angewendet werden.

Über die Aufweitung des Kristallgitters und die dadurch verursachte Veränderung der Sprungwahrscheinlichkeit bei einer Diffusion in die unterschiedlichen Richtungen kann die Veränderung der Ausscheidungsform erklärt werden. Gegen diese Interpretation spricht, dass eine dauerhafte Behinderung der Diffusion in Lastrichtung und damit eine Behinderung des Ausscheidungswachstums nicht beobachtet werden kann, sondern dass sogar bei 1050° C und bei 950° C nach 170 h ein bevorzugtes Wachstum in diese Richtung auftritt.

Die Simulation der Gefügeentwicklung beim Kriechen erfolgte bei Gayda [Gayd89] in Abhängigkeit von den Spannungen und elastischen Verzerrungen um die Ausscheidungen. Berücksichtigt wurden die Kohärenzspannungen um die Ausscheidungen, wie sie z.B. von Biermann [Bier99] beschrieben wurden, deren Überlagerung durch eine angelegte Spannung σ_a und die Anisotropie im E-Modul. Eine Veränderung dieser Größen durch Versetzungen wurde nicht berücksichtigt. Das Ergebnis war ein floßförmiges Gefüge senkrecht zur Lastrichtung mit einer Floßdicke, die kleiner war als die Kantenlänge der Ausscheidungen im Ausgangsgefüge. Ähnliche Ergebnisse wurden von Gross [Gros01] bei einer Monte-Carlo-Simulation auf Basis von diskreten Atommodellen festgestellt.

Dieses Ergebnis widerspricht den experimentellen Ergebnissen der Gefügekennwerte dieser Arbeit, die bei Kriechtemperaturen von 950 und 1050 °C gemessen wurden. Außerdem lassen sich mit diesem Ansatz nicht die stärkere Vergröberung des Gefüges und das Abknicken der Flöße in einem Winkel von 45° zur Lastrichtung erklären.

Die Interpretation der Floßbildung über die Versetzungsdichte und die Verteilung der Versetzungen um die Ausscheidungen nach einer plastischen Verformung beim Kriechen werden von Arrell und Veron [Arre94, Vero96] vertreten. Letztlich sind die Spannungsfelder um die Versetzungen die Ursache für die Veränderung der Morphologie und das gerichtete Wachstum der Ausscheidungen. Nach Mughrabi [Mugh00] bilden sich bevorzugt an den Phasengrenzen senkrecht zur angelegten Kriechspannung Versetzungsnetzwerke, die die Zugspannungen in den Matrixkanälen senkrecht zur Lastrichtung beseitigen, während die Zugspannungen in Lastrichtung erhalten bleiben (Abb. 4.42). In einer Simulation von Svoboda [Svob96] ist unter Berücksichtigung der Versetzungsverteilung auf der Phasengrenze und dem dadurch verursachten Übergang der kohärenten zu einer semikohärenten Grenzfläche eine ähnliche Gefügeveränderung zu beobachten wie zuvor beim Ansatz über die Gesamtspannung.

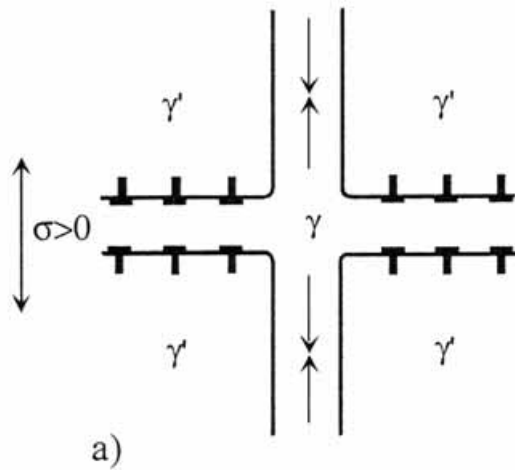


Abb. 4.42a: angelegte Zugspannung

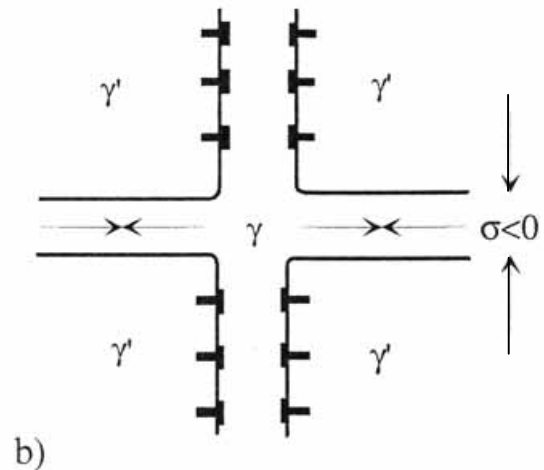


Abb. 4.42b: angelegte Druckspannung

Abb. 4.42: Schematische Darstellung von Versetzungsnetzwerken auf der Phasengrenze (nach [Mugh00])

Die Gefügeentwicklung ist dabei abhängig von der Versetzungsverteilung. Eine Veränderung in der Versetzungsanordnung, z.B. durch Klettern von Versetzungen oder im tertiären Kriechbereich durch Schneiden von Ausscheidungen, führt zu einer Morphologieveränderung. Das Abknicken der Flöße lässt sich auf die Veränderung der Versetzungsverteilung im γ - γ' -Floßgefüge zurückführen. Da in Lastrichtung wesentlich weniger Kanäle für die Versetzungsbewegung zur Verfügung stehen, erhöht sich die Versetzungsdichte in diesen Kanälen, die Flöße ober- und unterhalb dieser Kanäle knicken ab. Die stärkere Vergrößerung des Gefüges bei einer mechanischen Belastung lässt sich auf die Vereinfachung der Diffusion durch Versetzungen auf der Phasengrenze zurückführen.

Experimentell wurde auch festgestellt, dass nach ca. 850 h bei 950° C die ΔS_V zwischen den belasteten und wärmebehandelten Proben konstant blieb. Das ist damit zu erklären, dass sich bei längerer Wärmebehandlung auch auf der Phasengrenze der unbelasteten Proben Ausscheidungsnetzwerke bilden, wie dies Feller-Kniepmeier [Fell88] beobachtete (t=450 h bei T=980° C).

Trotz der Möglichkeit der Interpretation, die das Modell zur Erklärung der gerichteten Vergrößerung über die Versetzungsverteilungen um die Ausscheidungen bietet, ist zu beachten, dass bei einer Auslagerung die Ausscheidungen auch zu Flößen wachsen. Dies erfolgt ohne Versetzungen um die Ausscheidungen bzw. mit einem gleichmäßigen Versetzungsnetzwerk, wie dies z.B. Feller-Kniepmeier [Fell88] beschreibt.

Die von Nabarro [Naba96] bevorzugte eine Mischform der unterschiedlichen Modelle entspricht den experimentellen Ergebnissen in dieser Arbeit. Das bedeutet, dass sobald eine plastische Verformung und damit Versetzungen entstehen, die elastische Verzerrung und die Kohärenzspannungen zu vernachlässigen sind.

Bei den zyklischen Versuchen ändern sich die Kohärenzspannungen im Vergleich zu den Kriechversuchen nicht, es bilden sich durch die Zug-Druck-Wechselverformung sowohl auf der Phasengrenzen parallel zur Lastrichtung als auch auf den Phasengrenzen senkrecht zur Lastrichtung Versetzungsnetzwerke, die die Gesamtspannungen um die Ausscheidungen verändern.

Da die angelegte Spannung nicht konstant ist, ist auch die Verteilung der Versetzungen um die Ausscheidungen nicht konstant. Bei Zugspannung sind die Versetzungsnetzwerke senkrecht zur Lastrichtung stärker ausgeprägt, die Ausscheidungen werden senkrecht zur Lastrichtung wachsen. Bei Druckspannung werden die Versetzungsnetzwerke parallel zur Lastrichtung dominieren und die Ausscheidungen werden in Lastrichtung wachsen. Außerdem wird die Versetzungsverteilung um die Ausscheidungen eine kleinere Anisotropie aufweisen als bei den Kriechversuchen, da die Versetzungsnetzwerke bei einer Spannungsumkehr (z.B. von Zug auf Druck) zumindest teilweise erhalten bleiben werden.

Das Resultat dieser Spannungsverteilung auf das Gefüge ist in Kapitel 4.3.2 zusammengefaßt. Das Abrunden der Ecken und das mit Temperatur und Auslagerungsdauer zunehmend ungeordnetere Gefüge können auf die Verminderung der Spannungsanisotropie um die Ausscheidungen, das stärkere Abrunden der Ausscheidungen bei höheren Temperaturen kann auf die höhere Diffusionsgeschwindigkeit bei hohen Temperaturen zurückgeführt werden.

Die zunehmende Orientierung der Ausscheidungen in 45° zur Lastrichtung, wie sie z.B. in den zyklischen Versuchen bei 1050°C entstehen (s. Abb. 4.25e, f, 4.26e, f), ist wie bei den Kriechversuchen durch die Veränderung der Versetzungsdichte durch Klettern von Versetzungen und das Schneiden der Ausscheidungen zu erklären.

Dass bei den bei 850°C und 950°C belasteten Proben kaum Veränderungen im Gefüge im Vergleich zu den wärmebehandelten Proben zu beobachten sind, liegt an der relativ kurzen Belastungsdauer. Die stärkere Vergrößerung des Gefüges kann wie bei den Kriechversuchen auf die schnellere Diffusion durch Versetzungen auf der Phasengrenze zurückgeführt werden.

4.6.3 Gefüge und mechanische Eigenschaften

Die Vergrößerung der ausgelagerten Proben wirkt sich sowohl auf die Stauchgrenze bei den Druckversuchen (Abb. 4.28) als auch auf die Brinellhärte (Abb. 4.38) aus. Sowohl die Veränderung der Stauchgrenze als auch die Veränderung der Brinellhärte ist linear abhängig von der Grenzflächendichte. Dies entspricht nicht der Abhängigkeit von der Quadratwurzel der Grenzflächendichte, wie sie von Hall und Petch [Hall51, Petc53] für die Verfestigung durch Korngrenzen festgestellt wurde.

Bei den Druckversuchen ist die kristallographische Orientierung der Proben zu beachten. Die Veränderung von $R_{p0,2}$ mit S_V ist für beide kristallographische Orientierungen gleich, die auf $S_V=0$ (Einkristall) extrapolierte Stauchgrenze ist unterschiedlich. Die gleiche Steigung von $R_{p0,2}$ in Abhängigkeit von S_V bedeutet, dass bei beiden kristallographischen Orientierungen die plastische Verformung im gleichen Gleitsystem beginnt. Wenn zu Beginn der Verformung

ein anderes Gleitsystem vorherrschen würde, dann würde sich der Abstand der Versetzungshindernisse (d.h. der Phasengrenzen) in einem anderen Maß ändern und sich damit auch $R_{p0,2}$ in Abhängigkeit von S_V mit einer anderen Steigung verändern.

Der konstante Abstand der Druckspannungs-Stauchungs-Kurven (Abb. 4.23) zeigt, dass auch bei der weiteren Verformung eine Gleitung auf dem gleichen Gleitsystem vorherrscht, selbst wenn durchaus auch Gleitung auf anderen Gleitsystemen festgestellt werden konnte (Abb. 4.25).

Orientierung	Schmid-Faktor für Oktaedergleiten <110> {111}	τ_{CRSS} [MPa]	R_e (berechnet) [MPa]
<001>	0,43	405	942
<111>	0,3	414	1380

Tab. 4.8: Aus dem Schmid-Faktor und τ_{CRSS} berechnete Streckgrenze für <001>- und <111>-Orientierung (nach [Lall79, Kake99])

Der unterschiedliche Achsenabschnitt im $R_{p0,2}$ - S_V -Diagramm für beide kristallographische Orientierungen ist auf die unterschiedliche Lage der Gleitebenen zurückzuführen (Tab. 4.8). Bei einer Extrapolation der Kurve auf einen γ' -Einkristall ($S_V=0$) stimmen die Werte von $R_{p0,2}$ (<001>: 585 MPa, <111>: 910 MPa) gut mit Werten überein, die Lall [Lall79] für ein $Ni_3(Al,Nb)$ -Einkristall bei Raumtemperatur gefunden hat (<001>: 610MPa, <111>: 900MPa). Diese Übereinstimmung ist dadurch zu erklären, dass in CMSX-4 Tantal neben Aluminium der Hauptausscheidungsbildner ist und Niob und Tantal zur gleichen Nebengruppe des Periodensystems gehören und damit eine identische Valenzelektronenzahl aufweisen, während bei den anderen Untersuchungen Elemente anderer Nebengruppen verwendet wurden [Lall79, McDo67, Stat75, Kura78, Clem96].

Bei der Härte besteht keine Abhängigkeit von der kristallographischen Orientierung der Proben, die Brinellhärte ist nur von S_V abhängig. Der Grund hierfür ist, dass durch die plastische Verformung der Härteeindrücke die Gleitsysteme mit der niedrigsten τ_{CRSS} aktiviert werden. Deren Orientierung und damit ihr Schmid-Faktor spielen keine Rolle.

Bei der Betrachtung der Anisotropie der Form der Härteeindrücke, besonders bei den Eindrücken in {001}-Ebenen, stellt sich die Frage, wodurch die Anisotropie der Eindrucksform verursacht wird, durch die Anisotropie im E-Modul oder in der Streckgrenze. Um eine Aussage darüber treffen zu können, wurden umfangreiche Simulationsrechnungen durchgeführt (Schick (2003), Eidel (2003)).

Das Ergebnis dieser Simulationen legt es nahe, dass die Anisotropie der Härteeindrücke in {001}-Ebenen überwiegend durch die Anisotropie der Fließgrenzen verursacht wird und die Anisotropie im E-Modul, d.h. elastisches Rückfedern, zu vernachlässigen ist.

Die anisotrope Veränderung des Gefüges bei Hochtemperaturbelastung verursacht eine anisotrope Veränderung der Streckgrenze. Die Veränderungen in der Anisotropie der Streckgrenze zeigen sich durch eine Veränderung des Verhältnisses der Durchmesser der Härteeindrücke in unterschiedliche Richtungen, wie sie in Abb. 4.34 bis 4.37 dargestellt sind. Die Vergrößerung und Veränderung des γ' -Volumenanteils zeigt sich in der Veränderung der Fläche des Härteeindrucks.

Die Form der Brinelleindrücke verändert sich in Abhängigkeit von der Gefügeentwicklung. Allgemein steigt der Durchmesser in Richtungen, die unter 45° zu den Vorzugsorientierungen im Gefüge liegen ($\langle 001 \rangle$: 45° und 135° , $\langle 111 \rangle$: 0° und 90°). Die Abnahme der Anisotropie, die zu Beginn der Wärmebehandlung bei den $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben beobachtet werden konnte, korreliert mit dem Aufspalten der Ausscheidungen und der Veränderung des Volumenanteils der γ' -Phase.

Die erneute Ausprägung der Anisotropie ist mit dem Wachstum der Ausscheidungen in die $\langle 001 \rangle$ -Richtungen (0° und 90°) zu erklären. Ein Wachstum der Ausscheidungen in die $\langle 001 \rangle$ -Richtungen (und damit eine Zunahme der Parameter g_2 und g_3) führt zu einer Zunahme des Durchmessers der Brinelleindrücke unter 45° und 135° (und damit zu einer Abnahme der Parameter G_2 und G_3 , Abb. 4.39). Die Ausrichtung der Ausscheidungen beim Rafting wirkt sich zunächst sehr stark auf die Form der Brinelleindrücke aus, ab einer gewissen Ausrichtung der Ausscheidungen ist die Veränderung der Form der Brinelleindrücke jedoch konstant (g_1 - G_1 -Diagramm, Abb. 4.39). Die Abnahme der Abflachung bei den Kriechversuchen korreliert mit dem Abknicken der Flöße in 45° zur Belastungsrichtung.

Bei den $\langle 111 \rangle$ -orientierten Proben ist eine Ausrichtung des Gefüges unter 45° bzw. 135° sowohl bei einer Wärmebehandlung als auch bei einer mechanischen Belastung zu beobachten. Ein Wachstum der Ausscheidungen unter 45° und 135° (und damit eine Abnahme der Parameter g_2 und g_3) führt zu einer Zunahme des Durchmessers der Brinelleindrücke unter 0° und 90° (und damit zu einer Abnahme der Parameter G_2 und G_3 , Abb. 4.39). Da die Richtung der Ausrichtung des Gefüges konstant ist, verändert sich die Anisotropie der Brinelleindrücke nicht, wie dies bei den $\langle 001 \rangle$ -orientierten Proben der Fall ist.

Die Veränderung der Morphologie des γ - γ' -Gefüges lässt sich in gewissen Grenzen durch Brinelleindrücke charakterisieren. Besonders kleine Veränderungen der γ - γ' -Morphologie lassen sich mit der Veränderung der Form der Brinelleindrücke gut korrelieren. Bei stärkeren Veränderungen der Morphologie wird eine „Grenzform“ der Veränderung der Brinelleindrücke erreicht.

Über die Fläche der Eindrücke kann gleichzeitig die Veränderung des Gefüges durch Vergrößerung und Veränderung des γ' -Gefügeanteiles beschrieben werden. Die Absolutwerte der Brinellhärte in $\{001\}$ - und $\{121\}$ -Ebenen in Diagramm 4.38 stimmen zwar gut überein, aber durch die Mittelung über alle Streckgrenzen, die in der jeweiligen Ebene liegen, erscheint ein direkter Vergleich der Absolutwerte der Brinellhärte fraglich. Die

Veränderungen der Brinellhärte dagegen sind nur von den Gefügeveränderungen abhängig und damit vergleichbar.

Auch bei den Druckversuchen kann die Veränderung von S_V mit der Veränderung von $R_{p0,2}$ korreliert werden. Die Absolutwerte von $R_{p0,2}$ sind von der Orientierung der Proben abhängig. Die gleiche Gefügeveränderung führt, auch bei unterschiedlich orientierten Proben, zur gleichen Veränderung von $R_{p0,2}$.

Wenn die Streckgrenze bei der jeweiligen Temperatur und Orientierung im Ausgangszustand (d.h. bei einer bekannten Ausscheidungsgröße) des Gefüges bekannt ist (Tab. 4.9), dann kann aus der Veränderung von S_V die Veränderung der Streckgrenze abgeschätzt werden.

	T [°C]	850	950	1050
$R_{p0,2}$	[Fleu97, Seng94], <001> CMSX4	1025	760	500
[MPa]	[Bull], <001>, CMSX-4	1040	800	510
	[Bull], <111>, CMSX-4	875	600	440
	[Shah84], <001>, PWA 1480	965	670	445
	[Shah84], <111>, PWA 1480	880	655	470

Tab. 4.9: $R_{p0,2}$ in Abhängigkeit der Temperatur und der Orientierung bei unterschiedlichen Legierungen (Ausscheidungskantenlänge: 0,5 μm)